Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

183. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT

MIT 12 TEXTABBILDUNGEN

(ABGESCHLOSSEN AM 29. SEPTEMBER 1961)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J.F. BERGMANN · MÜNCHEN

1961

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J.F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J.F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials zur Ermöglichung rascher Veröffentlichung zwanglos in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e.V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommens die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. *Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.*

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg 1, Postfach 3027
Fernsprecher 27901; Fernschreibnummer 04-61723
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301; Fernschreibnummer 01-83319

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 183 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Asmus, E., Kritische Untersuchungen über die Grenzen der Anwendbarkeit der Methode der kontinuierlichen Variationen nach Job. II. Teil. Mit 7 Textabbildungen 401

Šušić, S. K., V. N. Njegovan und B. Šolaja†, Über die Bestimmung von Mangan und Phosphat in Form von formelreinem Mangan(II)-ammoniumphosphat . . . 412

Šušić, S. K., V. N. Njegovan und B. Šolaja†, Über die Verwendung von Hexamethylentetramin zur gravimetrischen Trennung dreiwertiger Kationen von den zweiwertigen 416

Gottschalk, G., Tartrat- und Citratpuffer 420

Malur, J., und H. Treptow, Untersuchungen über die Grenzen der potentiometrischen Simultanbestimmung von Zink und Cadmium. Mit 4 Textabbildungen . . 426

Petrowitz, H.-J., Verfahren zum chromatographischen Nachweis von Hydroxyaldehyden auf Kieselgelschichtplatten 432

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Kritische Untersuchungen über die Grenzen der Anwendbarkeit der Methode der kontinuierlichen Variationen nach Job

II. Teil*

Von
E. Asmus

Mit 7 Textabbildungen

(Eingegangen am 4. Mai 1961)

III.

Gibt man eine Eisen(II)-sulfatlösung und Picolinsäure zusammen, so entsteht, wie schon seit langem bekannt ist, eine Gelbfärbung. Wir wissen heute, daß es sich um ein farbiges inneres Komplexsalz handelt mit dem Mengenverhältnis Eisen:Picolinsäure = 1:2. Korrekter ausgedrückt, reagiert ein Fe^{2+}-Ion mit zwei Picolinsäureanionen. Solange man aber die Reaktion noch nicht erkannt hat, wird man, — und das gilt in gleicher Weise für alle ähnlich gelagerten Fälle, — zunächst eine Job-Kurve derart aufnehmen, daß man gleichmolare Eisen(II)-sulfatlösungen mit Picolinsäurelösungen vermischt. In der Regel wird man zur Verhinderung der Oxydation und Hydrolyse des Eisens noch eine Mineralsäure hinzufügen.

Auch in diesem Falle handelt es sich wieder um gekoppelte Reaktionen: die eigentliche Komplexbildung und die Dissoziation der Picolinsäure, wobei letztere ohne Farbänderung stattfindet. Auch hier ist es eine Anlagerung von H^+-Ionen an eine Anionbase, wie auf S. 328 beschrieben. Der Unterschied besteht nur darin, daß jetzt von einer Lösung ausgegangen wird, bei der nicht die freie, sondern die protonisierte Base die Konzentration c aufweist.

Das Gleichungssystem lautet in diesem Falle:

$$[A^{n+}] \cdot [B^-]^n = k \cdot f \tag{23}$$

$$[H^+] \cdot [B^-] = k_s \cdot [HB] \tag{24}$$

$$[B^-] + [HB] + nf = cx \tag{25}$$

$$[A^{n+}] + f = c\,(1 - x) \tag{26}$$

$$[H^+] + [HB] = s + cx\,. \tag{27}$$

* I. Teil: diese Z. **183**, 321 (1961).

Die Auflösung des Gleichungssystems führt im Prinzip zu einer Endgleichung vom Typus der Gl. (16). Nur ist an Stelle von s, falls keine Säure zugesetzt wurde, cx, bei Säurezusatz dagegen $s + cx$ zu setzen. So erhält man als Job-Funktion, wenn ohne Säurezusatz gearbeitet wird

$$(k_s + nf) \cdot \{kf \cdot [c\,(1 - x) - f]^{\frac{1}{n}} =$$

$$= k_s \cdot (cx - nf) \cdot [c\,(1 - x) - f]^{\frac{2}{n}} - (kf)^{\frac{2}{n}}, \qquad (28)$$

bei gleichzeitiger Zugabe von starker, vollständig dissoziierter Säure mit der Konzentration s dagegen

$$(s + k_s + nf) \cdot \{kf \cdot [c\,(1 - x) - f]^{\frac{1}{n}} =$$

$$= k_s \cdot (cx - nf) \cdot [c\,(1 - x) - f]^{\frac{2}{n}} - (kf)^{\frac{2}{n}}. \qquad (29)$$

Die Gln. (28) und (29) erfüllen die Bedingungen, daß für $x = 0$ und $x = 1$ stets $f = 0$ ist.

Differenziert man Gl. (29) und dividiert anschließend durch $f^{\frac{1}{n}-1}$ so erhält man

$$k^{\frac{1}{n}} \cdot f \cdot nf' \cdot [c\,(1 - x) - f]^{\frac{1}{n}} +$$

$$+ \frac{1}{n} \cdot k^{\frac{1}{n}} \cdot f' \cdot (s + k_s + nf) \cdot [c\,(1 - x) - f]^{\frac{1}{n}} -$$

$$- \frac{1}{n} \cdot k^{\frac{1}{n}} \cdot f \cdot (s + k_s + nf) \cdot [c\,(1 - x) - f]^{\frac{1}{n}-1} \cdot (c + f') =$$

$$= k_s \cdot f^{1-\frac{1}{n}} \cdot (c - nf') \cdot [c\,(1 - x) - f]^{\frac{2}{n}} -$$

$$- \frac{2}{n} \cdot k_s \cdot f^{1-\frac{1}{n}} \cdot (cx - nf) \cdot (c + f') \cdot [c(1 - x) - f]^{\frac{2}{n}-1} - \frac{2}{n} \cdot k^{\frac{2}{n}} \cdot f^{\frac{1}{n}} \cdot f'.$$

Die Steigung der Job-Kurve an der Stelle $x = 0$, $f = 0$ ergibt sich

für $n = 1$		für $n > 1$	
mit Säure	ohne Säure ($s = 0$)	mit Säure	ohne Säure ($s = 0$)
$f'_{0,0} = \dfrac{c^2}{c + k + \dfrac{k}{k_s} \cdot s}$	$f'_{0,0} = \dfrac{c^2}{c + k}$	$f'_{0,0} = 0$	$f'_{0,0} = 0$

Man erkennt, daß mit Säurezusatz für die Steigung der Job-Kurve am linken Ende für $n = 1$ das gleiche Ergebnis resultiert, wie in dem auf

S. 329 beschriebenen Falle [Gl. (18)], ohne Säurezusatz dagegen die Steigung genauso ist wie bei der ungestörten Komplexbildung [S. 325 Gl. (9)]; für $n > 1$ haben wir es stets mit einer waagerechten Anfangstangente zu tun.

Diskutiert man an Hand der Gl. (29) eine Job-Funktion für $n = 1$ ohne Säurezusatz, so erhält man unter der Voraussetzung $c = 10^{-2}$, $k = 1$ und $k_s = 10^{-5}$ die in Abb. 10 als willkürlich gewähltes Beispiel graphisch dargestellte Kurve. Sie weist keine Wendepunkte auf und besitzt gegenüber dem Falle ungestörter Bildung eines 1:1-Komplexes ein nach *links* verschobenes Maximum.

Die Lage dieses Maximums können wir wiederum allgemein angeben. Für $n = 1$ läßt sich Gl. (29) wie folgt vereinfachen

$$kf \cdot (s + k_s + f) \cdot [c\,(1 - x) - f] =$$
$$= k_s \cdot (cx - f) \cdot [c(1 - x) - f]^2 - k^2 f^2$$

$$\frac{k}{k_s} \cdot f \cdot (s + k_s + f) = (cx - f) \cdot$$
$$[c\,(1 - x) - f] - \frac{k^2 f^2}{k_s [c\,(1 - x) - f]} \qquad (30)$$

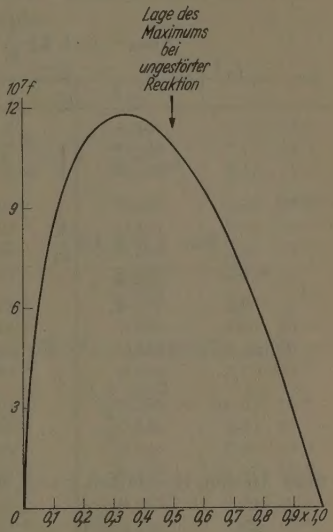

Abb. 10. Verlauf der Job-Kurve bei der durch eine 1:1-Nebenreaktion gestörten Bildung eines 1:1-Komplexes. $c = 10^{-2}$, $k = 1$, $k_s = 10^{-5}$. x = Anteil der protonisierten Base

$$\frac{k}{k_s} \cdot f^2 + \frac{k^2}{k_s} \cdot f^2 \cdot \frac{1}{c\,(1 - x) - f} = c^2 x\,(1 - x) + f^2 - \left[c + (s + k_s)\,\frac{k}{k_s}\right] \cdot f.$$

Zur Ermittlung der Lage des Maximums wird Gl. (30) implizit differenziert. Unter Berücksichtigung der Bedingung $f' = 0$ erhält man als Bestimmungsgleichung für x_m in impliziter Schreibweise

$$\frac{k^2}{k_s} \cdot \frac{f_m^2}{c\,(1 - x_m) - f_m} = c \cdot (1 - 2\,x_m) \cdot [c\,(1 - x_m) - f_m]. \qquad (31)$$

Die Gl. (31) läßt klar erkennen, daß das Maximum nie bei $x_m = 0{,}5$ liegen kann.

Subtrahiert man Gl. (31) von Gl. (30), die als Funktionsgleichung für jedes Wertepaar x, f also auch für x_m, f_m gilt, so folgt

$$\frac{k}{k_s} \cdot f_m^2 = c^2 x_m \cdot (1 - x_m) + f_m^2 - \left[c + (s + k_s)\,\frac{k}{k_s}\right] \cdot f_m -$$
$$- c(1 - 2\,x_m) \cdot [c\,(1 - x) - f_m]$$

$$\frac{k}{k_s}\cdot f_m^2 = c^2 x_m\cdot(1-x_m) + f_m^2 - \left[c + (s+k_s)\frac{k}{k_s}\right]\cdot f_m -$$

$$- c^2\cdot(1-2x_m)\cdot(1-x_m) + c\,(1-2x_m)\cdot f_m$$

$$f_m^2 - \frac{2cx_m + (s+k_s)\frac{k}{k_s}}{1-\frac{k}{k_s}}\cdot f_m - \frac{c^2(3x_m^2-4x_m+1)}{1-\frac{k}{k_s}} = 0$$

$$f_m = \frac{a}{2} - \sqrt{\frac{a^2}{4}+b} = \frac{a}{2}\cdot\left(1-\sqrt{1+\frac{4b}{a^2}}\right),$$

wenn

$$a \equiv \frac{2cx_m + (s+k_s)\frac{k}{k_s}}{1-\frac{k}{k_s}} \qquad b \equiv \frac{c^2(3x_m^2-4x_m+1)}{1-\frac{k}{k_s}}. \tag{32}$$

Ohne Säurezusatz, also für $s = 0$, gehen die Gln. (32) in

$$a \equiv \frac{2cx_m + k}{1-\frac{k}{k_s}} \qquad b \equiv \frac{c^2(3x_m^2-4x_m+1)}{1-\frac{k}{k_s}} \tag{32a}$$

über. In dem Spezialfall $k = k_s$ ist für

$$s = 0 \qquad\qquad s \neq 0$$

$$f_m = \frac{c^2(4x_m - 3x_m^2 - 1)}{2cx_m + k} \qquad f_m = \frac{c^2(4x_m - 3x_m^2 - 1)}{2cx_m + s + k}.$$

Es läßt sich also f_m explizit in x_m schreiben. Setzt man den so erhaltenen Ausdruck für f_m in Gl. (31) ein, so erhält man eine Bestimmungsgleichung für x_m, dessen Wert nach einem der üblichen numerischen Näherungsverfahren ermittelt werden kann. Tab. 2 zeigt einige so berechnete Abszissenwerte des bei der Job-Kurve auftretenden Maximums.

Die Betrachtung der Tab. 2 zeigt, daß die Verschiebung des Maximums nach *links* eintritt, zu Werten $x_m < 0{,}5$ und zwar in um so stärkerem Maße, je kleiner k_s und je größer k ist. Steigende Säurekonzentration bewirkt eine Rückwanderung des Maximums, allerdings unter gleichzeitiger Verminderung von f_m. Eine Konzentrationsverminderung kann sich verschieden auswirken. Bei kleinem Verhältnis $\frac{k}{k_s}$ erfolgt bei Verkleinerung von c eine Verschiebung des Maximums nach *rechts*, bei großen Werten $\frac{k}{k_s}$ nach *links*; bei mittleren Werten wandert das Maximum zunächst nach links und dann bei weiterer Konzentrationsverminderung nach rechts.

In gleicher Weise, wie vorstehend beschrieben, läßt sich der Verlauf der Job-Kurven für $n > 1$ berechnen und diskutieren. Die Abb. 11 und 12 beweisen die gegenüber der ungestörten Komplexbildungsreaktion auftretende Maximumsverschiebung nach links.

Tabelle 2

s	c	k	k_s	x_m	f_m
0	1	1	1	0,467	$1{,}11 \cdot 10^{-1}$
0	10^{-1}	1	1	0,490	$2{,}19 \cdot 10^{-3}$
0	10^{-2}	1	1	0,499	$2{,}47 \cdot 10^{-5}$
0	1	1	10^{-1}	0,420	$6{,}62 \cdot 10^{-2}$
0	10^{-1}	1	10^{-1}	0,447	$1{,}71 \cdot 10^{-3}$
0	10^{-2}	1	10^{-1}	0,488	$2{,}51 \cdot 10^{-5}$
0	10^{-3}	1	10^{-1}	0,499	$2{,}49 \cdot 10^{-7}$
0	1	1	10^{-2}	0,399	$2{,}66 \cdot 10^{-2}$
0	10^{-1}	1	10^{-2}	0,399	$9{,}86 \cdot 10^{-4}$
0	10^{-2}	1	10^{-2}	0,444	$1{,}84 \cdot 10^{-5}$
0	10^{-3}	1	10^{-2}	0,489	$3{,}1 \cdot 10^{-7}$
0	1	1	10^{-3}	0,385	$8{,}98 \cdot 10^{-3}$
0	10^{-1}	1	10^{-3}	0,358	$3{,}40 \cdot 10^{-4}$
0	10^{-2}	1	10^{-3}	0,386	$9{,}20 \cdot 10^{-6}$
0	10^{-3}	1	10^{-3}	0,446	$1{,}81 \cdot 10^{-7}$
0	1	1	10^{-5}	0,383	$9{,}50 \cdot 10^{-4}$
0	10^{-1}	1	10^{-5}	0,342	$3{,}62 \cdot 10^{-5}$
0	10^{-2}	1	10^{-5}	0,341	$1{,}31 \cdot 10^{-6}$
0	10^{-3}	1	10^{-5}	0,352	$3{,}61 \cdot 10^{-8}$
0	1	1	10^{-2}	0,399	$2{,}66 \cdot 10^{-2}$
0	1	10^{-1}	10^{-2}	0,438	$1{,}46 \cdot 10^{-1}$
0	1	10^{-2}	10^{-2}	0,495	$2{,}45 \cdot 10^{-1}$
0	1	10^{-3}	10^{-2}	0,4995	$3{,}78 \cdot 10^{-1}$
0	1	1	10^{-2}	0,399	$2{,}66 \cdot 10^{-2}$
10^{-2}	1	1	10^{-2}	0,424	$2{,}18 \cdot 10^{-2}$
10^{-1}	1	1	10^{-2}	0,459	$1{,}52 \cdot 10^{-2}$
$2 \cdot 10^{-1}$	1	1	10^{-2}	0,480	$1{,}02 \cdot 10^{-2}$
$5 \cdot 10^{-1}$	1	1	10^{-2}	0,496	$4{,}65 \cdot 10^{-3}$
1	1	1	10^{-2}	0,499	$2{,}45 \cdot 10^{-3}$

Zahlreiche andere Fälle könnte man nach dem gleichen mathematischen Schema durchrechnen. Wir wollen jedoch davon Abstand nehmen und nur noch einen häufig vorkommenden Fall behandeln. Der gebildete Komplex soll die Zusammensetzung 1 : 1 haben und soll durch eine Nebenreaktion mit dem Koeffizientenverhältnis 2 : 1 gestört werden. Ein solches Beispiel ist etwa

$$A^{2+} + B^{2-} \rightleftharpoons AB \qquad \text{oder} \qquad A^{+} + B \rightleftharpoons AB^{+}$$

$$2\,H^{+} + B^{2-} \rightleftharpoons H_2B \qquad\qquad 2\,H^{+} + B \rightleftharpoons H_2B^{2+}.$$

Die Job-Kurve kann wiederum so aufgenommen werden, daß man gleichmolare Lösungen von A^{2+} (A^{+}) und B^{2-} (B) unter Hinzufügung einer gewissen Menge einer starken Säure zusammengibt (Fall *a*), oder daß man Lösungen von A^{2+} und H_2B vermischt (Fall *b*), eventuell ebenfalls unter Säurezusatz (Fall *c*).

Die Dissoziation der Säure H_2B und die Anlagerung der beiden Protonen an die Base B erfolgen natürlich stufenweise. Sind die p_k-Werte um 4 oder mehr Einheiten verschieden und liegt der p_H-Wert des als

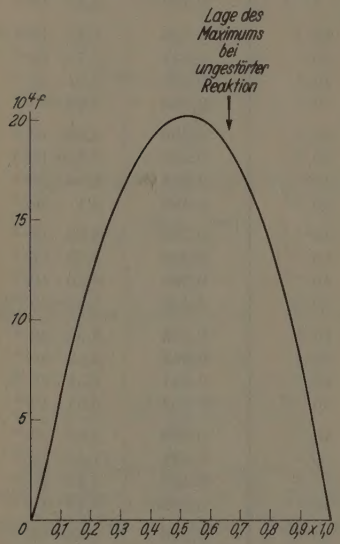

Abb. 11. Verlauf der Job-Kurve bei der durch eine 1:1-Nebenreaktion gestörten Bildung eines 1:2-Komplexes. $c = 1$, $k = 1$, $k_s = 10^{-2}$. x = Anteil der protonisierten Base

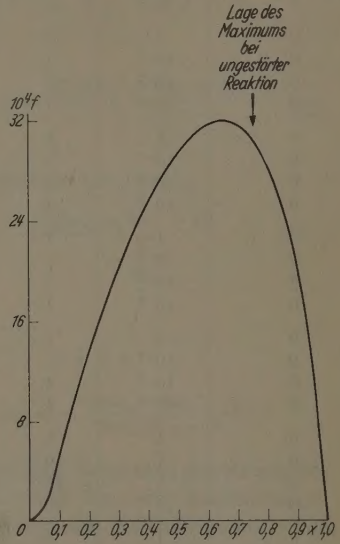

Abb. 12. Verlauf der Job-Kurve bei der durch eine 1:1-Nebenreaktion gestörten Bildung eines 1:3-Komplexes. $c = 1$, $k = 10^{-3}$, $k_s = 10^{-3}$. x = Anteil der protonisierten Base

Lösungsmittel benutzten Wassers zwischen den beiden p_k-Werten, so ist die Störreaktion praktisch durch das Koeffizientenverhältnis 1:1 gekennzeichnet und das Problem läuft mathematisch auf die S. 328 und S. 401 behandelten Fälle hinaus. Sind die p_k-Werte der beiden Dissoziationsstufen praktisch gleich, dann läßt sich das Problem im Sinne der oben gegebenen Bruttogleichungen behandeln. In der Praxis wird in der Regel weder der eine noch der andere Grenzfall vorliegen und die Job-Kurve wird eine Form aufweisen, die zwischen den beiden Grenzformen liegt.

Die vier ersten Gleichungen des aufzulösenden Gleichungssystems sind für die oben genannten drei Fälle a, b und c identisch.

$$[A^{2+}] \cdot [B^{2-}] = k \cdot [AB] = k \cdot f \tag{33}$$

$$[H^+]^2 \cdot [B^{2-}] = k_s \cdot [H_2B] \tag{34}$$

$$[A^{2+}] + f = c \cdot (1 - x) \tag{35}$$

$$[B^{2-}] + [H_2B] + f = cx\,. \tag{36}$$

Die fünfte Gleichung lautet je nach der Art des Experimentes

$$[H^+] + 2\,[H_2B] = s \tag{37a}$$

$$[H^+] + 2\,[H_2B] = 2cx \tag{37b}$$

$$[H^+] + 2\,[H_2B] = 2cx + s\,. \tag{37c}$$

Aus dem Gleichungssystem ergeben sich für die drei Fälle folgende Job-Funktionen:

Fall a.

$$\left[s + 2f - 2cx + \frac{2kf}{c(1-x) - f}\right]^2 \cdot f =$$

$$= \frac{k_s}{k} \cdot \{(cx - f) \cdot [c\,(1 - x) - f] - kf\}\,. \tag{38a}$$

Fall b.

$$4f^3 \cdot \left[1 + \frac{k}{c(1-x) - f}\right]^2 = \frac{k_s}{k} \cdot \{(cx - f) \cdot [c\,(1 - x) - f] - kf\}\,. \tag{38b}$$

Fall c.

$$\left[s + 2f + \frac{2kf}{c(1-x) - f}\right]^2 \cdot f = \frac{k_s}{k} \cdot \{(cx - f) \cdot [c\,(1 - x) - f] - kf\}\,. \tag{38c}$$

Man erkennt leicht, daß alle drei Gleichungen den Randbedingungen $x = 0$, $f = 0$ und $x = 1$, $f = 0$ genügen.

Differenziert man die Gln. (38a), (38b) und (38c) und untersucht die Steigung der Kurve, so findet man an der Stelle $x = 0$, $f = 0$ in den Fällen a und c

$$f'_{0,0} = \frac{c^2}{c + k + \frac{k}{k_s} \cdot s^2}\,,$$

im Falle b dagegen

$$f'_{0,0} = \frac{c^2}{c + k}\,.$$

Die Abb. 13 zeigt vier Job-Kurven, die die Fälle a, b und c für willkürliche Werte der Konzentrationen und Konstanten, bei denen die eintretenden Effekte besonders deutlich in Erscheinung treten, darstellen.

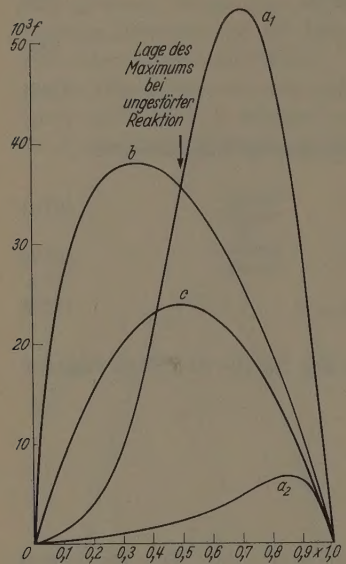

Abb. 13. Verlauf der Job-Kurve bei der durch eine 2:1-Nebenreaktion gestörten Bildung eines 1:1-Komplexes. Kurve a_1: $c = 1$, $k = 1$, $k_s = 10^{-2}$, $s = 1$. Kurve a_2: $c = 1$, $k = 1$, $k_s = 10^{-2}$, $s = 2$. Kurve b: $c = 1$, $k = 1$, $k_s = 10^{-2}$. Kurve c: $c = 1$, $k = 1$, $k_s = 10^{-2}$, $s = 1$. Bei den Kurven a_1 und a_2 bedeutet x den Anteil der Base, bei den Kurven b und c den Anteil der protonisierten Base

IV.

Die in den Abschnitten II und III beschriebenen und in zahlreichen experimentellen Arbeiten vorzufindenden Verschiebungen des Maximums der Job-Kurve, die deswegen so gefährlich sind, weil sie zu falscher Ausdeutung der Komplexzusammensetzung führen, sind letzten Endes darauf zurückzuführen, daß während der Aufnahme der Job-Kurve der p_H-Wert nicht konstant bleibt. Er variiert vielmehr von dem einen zum anderen Ende der Job-Kurve. Man überzeugt sich von der Richtigkeit dieser Behauptung, indem man das Problem unter der Voraussetzung durchrechnet, daß die Komplexbildung in einem idealen Puffersystem vonstatten geht, also bei absolut konstantem p_H-Wert.

Auch jetzt handelt es sich um eine Komplexbildung vom Typus

$$A^{m+} + nB \rightleftharpoons AB_n^{m+}$$

oder

$$A^{n+} + nB^- \rightleftharpoons AB_n ,$$

die durch die Nebenreaktion

$$H^+ + B \rightleftharpoons HB^+$$

oder

$$H^+ + B^- \rightleftharpoons HB$$

gestört wird. Der Unterschied gegenüber den früher behandelten Fällen besteht darin, daß ein idealer Puffer dafür sorgt, daß der p_H-Wert absolut unverändert bleibt.

Es gelten also auf jeden Fall auch jetzt die auf S. 328 angegebenen Gln. (11) bis (14) bzw. (11a) bis (14a), zu denen noch als fünfte Bedingung

$[H^+] = \text{konst.} = [H^+]_0$ tritt. Wir schreiben nur eines der beiden Gleichungssysteme an, da das zweite zum selben Ergebnis führt. Es lautet:

$$[A^{m+}] \cdot [B]^n = k \cdot f \tag{39}$$

$$[H^+] \cdot [B] = k_s \cdot [HB^+] \tag{40}$$

$$[B] + [HB^+] + nf = cx \tag{41}$$

$$[A^{m+}] + f = c\,(1 - x) \tag{42}$$

$$[H^+] = \text{konst.} = [H^+]_0\,. \tag{43}$$

Die Auflösung dieses Gleichungssystems führt zu der Funktionsgleichung

$$[c\,(1 - x) - f] \cdot (cx - nf)^n = \frac{k}{k_s^n} \cdot \{k_s + [H^+]_0\}^n \cdot f =$$

$$= k \cdot \left\{1 + \frac{[H^+]_0}{k_s}\right\}^n \cdot f\,. \tag{43}$$

Wie man sofort erkennt, werden durch die Gleichung die Randbedingungen $x = 0, f = 0$ und $x = 1, f = 0$ erfüllt.

Differenziation der Gl. (43) ergibt

$$-(c + f') \cdot (cx - nf)^n + n \cdot (c - nf') \cdot (cx - nf)^{n-1} \cdot [c\,(1 - x) - f] =$$

$$= k \cdot \left\{1 + \frac{[H^+]_0}{k_s}\right\}^n \cdot f'\,. \tag{44}$$

Die Lage des Maximums der Job-Kurve erhält man unter Hinzunahme der Bedingung $f' = 0$. Es ist dann

$$-c \cdot (cx_m - nf_m)^n + cn \cdot (cx_m - nf_m)^{n-1} \cdot [c\,(1 - x_m) - f_m] = 0$$

$$cx_m - nf_m = n \cdot [c\,(1 - x_m) - f_m]$$

$$x_m = \frac{n}{n + 1}$$

genauso, wie beim ungestörten Fall. Will man also beim Vorliegen einer Störreaktion mit Hilfe der Jobschen Methode die Komplexzusammensetzung richtig erhalten, so muß man die Versuche in einer ideal gepufferten Lösung vornehmen (Abb. 14, 15 und 16). Die Verwendung eines Puffers garantiert nach dem oben Gesagten bei ausreichender Pufferkapazität zwar die richtige Lage des Maximums der Job-Kurve, hat aber gleichzeitig den Nachteil, daß die Farbausbildung stark zurückgedrängt wird,

f also in gepufferten Lösungen kleiner ausfällt als im ungepufferten Fall, denn es ist, was man durch Vergleich der Gl. (43) mit der Gl. (2) auf S. 323 sofort erkennt, so, als wäre der Komplex scheinbar wesentlich schwächer geworden. Statt der wahren Dissoziationskonstante k besitzt er jetzt eine scheinbare Dissoziationskonstante

$$k_0 = k \cdot \left\{1 + \frac{[H^+]_0}{k_s}\right\}^n,$$

wobei stets $k_0 > k$ ist.

Auch die Untersuchung der Steigungen der Job-Kurve in den Endpunkten zeigt dies deutlich.

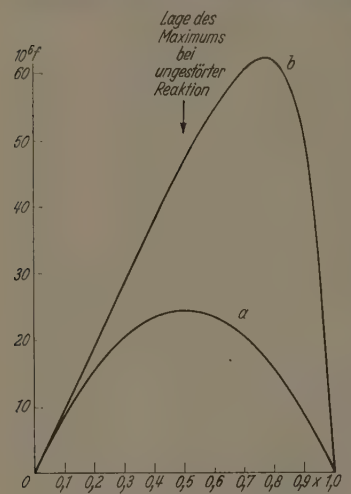

Abb. 14. Verlauf der Job-Kurve bei der durch eine 1:1-Nebenreaktion gestörten Bildung eines 1:1-Komplexes in gepufferter (*a*) und ungepufferter (*b*) Lösung. Kurve *a*: $c = 10^{-3}$, $k = 10^{-3}$, $k_s = 10^{-4}$, $s = 10^{-2}$. Kurve *b*: $c = 10^{-2}$, $k = 10^{-4}$, $k_s = 10^{-2}$, $[H^+]_0 = 10^{-2}$. x = Anteil der Base

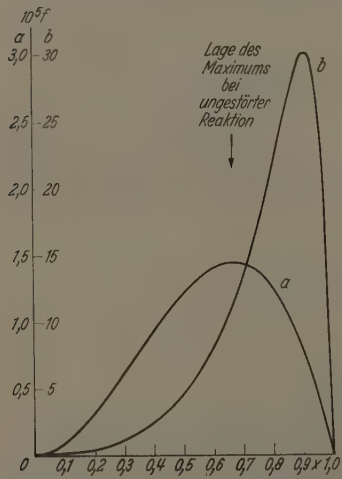

Abb. 15. Verlauf der Job-Kurve bei der durch eine 1:1-Nebenreaktion gestörten Bildung eines 1:2-Komplexes in gepufferter (*a*) und ungepufferter (*b*) Lösung. Kurve *a*: $c = 1$, $k = 1$, $k_s = 10^{-2}$, $s = 1$. Kurve *b*: $c = 1$, $k = 1$, $k_s = 10^{-2}$, $[H^+]_0 = 1$. x = Anteil der Base

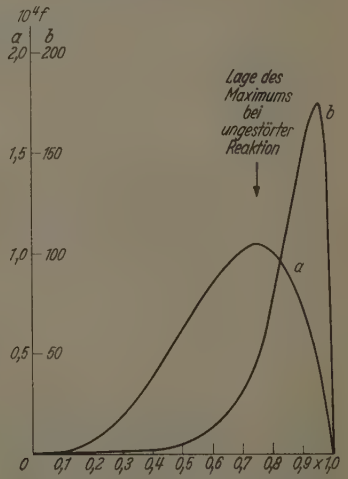

Abb. 16. Verlauf der Job-Kurve bei der durch eine 1:1-Nebenreaktion gestörten Bildung eines 1:3-Komplexes in gepufferter (*a*) und ungepufferter (*b*) Lösung. Kurve *a*: $c = 1$, $k = 10^{-6}$, $k_s = 10^{-3}$, $s = 1$. Kurve *b*: $c = 1$, $k = 10^{-6}$, $k_s = 10^{-3}$, $[H^+]_0 = 1$. x = Anteil der Base

Für das rechte Ende der Job-Kurve ($x = 1$, $f = 0$) ergibt sich aus Gl. (44)

$$f'_{1,0} = -\frac{c^{n+1}}{c^n + k \cdot \left\{1 + \frac{[H^+]_1}{k_s}\right\}^n};$$

im linken Endpunkt ist die Steigung

für $n = 1$	für $n > 1$
$f'_{0,0} = \frac{c'}{c + k \cdot \left\{1 + \frac{[H^+]_1}{k_s}\right\}}$	$f'_{0,0} = 0$.

Die Steigungen an beiden Enden der Kurve sind, sofern sie nicht den Wert Null haben, kleiner als im ungestörten Falle [Gln. (8) und (9) auf S. 325] und daher sind auch die Werte f jetzt geringer. Man muß also beim Arbeiten in gepufferten Lösungen durch Erhöhung der Konzentration c (falls es die Löslichkeit zuläßt) die zu messenden Extinktionswerte auf eine sicher meßbare Größe bringen.

Leider ist der Weg, durch Arbeiten in ideal gepufferter Lösung die oben beschriebenen Verfälschungen der Job-Kurve zu umgehen, nicht immer gangbar, weil es nur zu oft vorkommt, daß die Pufferkomponenten selbst als Komplexbildner fungieren können. In einem solchen Falle führt auch die Verwendung eines Puffers nicht zum gewünschten Erfolg.

Zusammenfassung

Die Methode der kontinuierlichen Variationen zur Ermittlung der Zusammensetzung von Komplexen nach Ostromisslensky-Job versagt, wenn mindestens einer der Reaktionspartner einer Nebenreaktion mit Wasserstoffionen unterliegt. Das Maximum der Job-Kurve ist dann gegenüber dem ungestörten Fall verschoben und die Kurve erscheint deformiert.

Mit Hilfe eines mathematischen Näherungsverfahrens wurde der Verlauf der Job-Funktion für verschiedene Fälle ungestörter und gestörter Komplexbildung berechnet und der Einfluß verschiedener Größen auf Form der Kurve und Lage des Maximums diskutiert. Es wurde ferner gezeigt, daß bei Verwendung einer ideal puffernden Lösung auch bei gestörter Komplexbildung die Lage des Maximums der nach der Jobschen Methode erhaltenen Kurve eindeutig und ausschließlich durch die Zusammensetzung des Komplexes bestimmt wird. Wegen der bei letzterem Verfahren auftretenden Extinktionsminderung und häufigen Nebenreaktionen der Pufferkomponenten mit den Komplexbildungsreaktanten ist das Arbeiten in gepuffertem Medium nicht immer möglich.

Für die Durchführung dieser Arbeit wurden dankenswerterweise Forschungsmittel aus dem ERP-Sondervermögen bereitgestellt.

Dem Verbande der Chemischen Industrie und der Deutschen Forschungsgemeinschaft, die diese Arbeit unterstützt haben, danke ich bestens.

Literatur

[1] Asmus, E.: diese Z. **178**, 104 (1960). — [2] Asmus, E.: Einführung in die höhere Mathematik und ihre Anwendungen, 3. Aufl. (1959), Verlag W. de Gruyter u. Co., Berlin. — [3] Bent, H. E., u. C. L. French: J. Amer. chem. Soc. **63**, 568 (1941). — [4] Job, P.: Ann. Chimie **9**, 113 (1928). — [5] Ostromisslensky, I.: Ber. dtsch. chem. Ges. **44**, 268 (1911). — [6] Pilipenko, A. T., u. I. P. Ssereda: Ž. anal. Chim. **13**, 3 (1958); vgl. diese Z. **165**, 444 (1959). — [7] Schaeppi, Y., u. W. D. Treadwell: Helv. chim. Acta **31**, 577 (1948). — [8] Schwarzenbach, G.: Helv. chim. Acta **32**, 839 (1949). — [9] Schwarzenbach, G., u. A. Willi: Helv. chim. Acta **34**, 528 (1951). — [10] Yoe, J. H., u. A. L. Jones: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **16**, 111 (1944); vgl. diese Z. **129**, 181 (1949).

Prof. Dr. E. Asmus, Lehrgebiet Analytische Chemie, Techn. Universität Berlin, Berlin-Charlottenburg 2, Hardenbergstr. 34

Aus dem Institut für allgemeine Chemie an der landwirtschaftlichen Fakultät in Beograd-Zemun (Jugoslawien)

Über die Bestimmung von Mangan und Phosphat in Form von formelreinem Mangan(II)-ammoniumphosphat

Von

S. K. Šušić, V. N. Njegovan und B. Šolaja †

(Eingegangen am 6. Dezember 1960)

Mangan(II)-ammoniumphosphat scheidet sich nach zahlreichen von uns ausgeführten Versuchen in sehr reiner kristalliner Form aus einer Lösung ab, die neben viel Ammoniumsulfat (oder einem anderen Ammoniumsalz) einen Überschuß an Hexamethylentetramin (Urotropin)[3] enthält. Die günstige Wirkung des letzten Reagenses besteht in erster Linie darin, daß es durch seine langsame Hydrolyse einen für die formelreine Abscheidung von $MnNH_4PO_4 \cdot H_2O$ geeigneten konstanten p_H-Wert von 6,4—6,8 liefert. Zweitens verhindert es durch seine reduzierenden Eigenschaften die Bildung von $MnO(OH)_2$ und schließlich ermöglicht es bis zu einem gewissen Grade die Bestimmung von Mangan neben in der Lösung vorhandenem Quecksilber. Dies hat unter anderem Bedeutung für die

Analyse von Fe-Al-Mn-Gemischen, wenn man Fe und Al zunächst mit $HgNH_2Cl$ abgetrennt hat[7,10] und im Filtrat das Mangan neben dem überschüssigen Quecksilber bestimmen will. Hexamethylentetramin bildet mit Quecksilber(II)-chlorid eine in Anwesenheit von viel Ammoniumsulfat leicht lösliche Verbindung[1,2,5,6,11].

Die Fällung muß stets so erfolgen, daß man die verdünnte Mangansalzlösung sehr langsam (innerhalb 10—20 min) in die siedend heiße Lösung von Ammoniumsulfat, Hexamethylentetramin und Phosphat tropfen läßt und dabei ständig rührt. Es bildet sich schnell ein kristalliner, sehr reiner Niederschlag. Bei geänderter Reagensfolge, z. B. bei Zugabe des Phosphations zum Manganion entsteht zuerst ein kolloider Niederschlag, der erst nach längerem Stehen eine Selbstreinigung erfährt[4,8,9].

Bestimmung von Mangan

Man löst 2 g $Na_2HPO_4 \cdot 12\,H_2O$, 5 g Hexamethylentetramin und 10 g Ammoniumsulfat in 200 ml Wasser, erhitzt zum Sieden und läßt die zu untersuchende Manganlösung aus einer Bürette unter ständigem Rühren und weiterem Erwärmen langsam zutropfen (anfangs 1 Tropfen in 4 sec, nach Bildung des kristallinen Niederschlages rascher). Nach beendetem Manganzusatz wird mit 1 ml konz. Ammoniak auf etwas über p_H 7.6 gebracht.

Der ausgeschiedene Niederschlag wird in einen Filtertiegel filtriert und mit kaltem Wasser und Alkohol gewaschen. Er kann nach dem Trocknen bei 105°C als $MnNH_4PO_4 \cdot H_2O$ oder nach dem Glühen als $Mn_2P_2O_7$ gewogen oder nach dem Auflösen in 0,1 n Salzsäure mit 0,1 n NaOH-Lösung (Bromkresolgrün als Indicator) titriert werden. Die Titration ist nur dann möglich, wenn die absolute Manganmenge 40 mg nicht erreicht, da bereits bei dieser Konzentration der Einfluß der Hydrolyse des entstandenen H_2PO_4-Ions störend zur Geltung kommt (Tab. 1).

Tabelle 1

Angew. Mn mg	Verbr. 0,10 n Salzsäure ml	Gef. Mn mg	Diff. ‰
7,93	2,90	7,95	+ 3
23,77	8,67	23,81	+ 2
39,62	14,36	39,43	— 5
47,54	17,14	47,08	—10
63,40	22,77	62,54	—14

Das Verfahren gibt in Anwesenheit von Chlorid-, Nitrat-, Sulfat-, Acetat-, Natrium-, Kaliumionen ganz vorzügliche Resultate. In Anwesenheit von *Molybdän* muß man den p_H-Wert vor der Fällung durch Zugabe von Ammoniak auf etwas über 7 (Bromthymolblau) bringen, um die Ausscheidung von $MnMoO_4$ zu vermeiden.

In Anwesenheit von *Quecksilberchlorid* werden gute Resultate nur erhalten, wenn das Verhältnis $NH_4^+ : Hg^{2+}$ nicht unter 80:1 sinkt (Tab. 2) und die Quecksilberkonzentration in der Lösung $2 \cdot 10^{-2}$ m nicht übersteigt (Tab. 3).

Überschüssige *Citronensäure* verhindert infolge Komplexbildung die quantitative Fällung von $MnNH_4PO_4 \cdot H_2O$. Doch ergeben sich nach

unseren Erfahrungen richtige Manganwerte, wenn das Molverhältnis $C_6H_5O_7^{3-}:Mn^{2+}$ den Wert 3:1 nicht überschreitet (vgl. Tab. 4).

Tabelle 2
$Hg_2^{+} = 1 \cdot 10^{-2}$ m

Angew. Mn mg	Gef. Mn mg	Differenz ‰	$NH_4^+:Hg^{2+}$
81,8	94,5	+155	40:1
81,8	86,6	+ 60	60:1
92,0	92,1	+ 1	80:1
61,1	61,2	+ 2	100:1

Tabelle 3
$NH_4^+:Hg_2^{+} = 100:1$

Angew. Mn mg	Gef. Mn mg	Differenz ‰	Hg^{2+}-Konz. Mole/l
61,1	61,1	0	$1 \cdot 10^{-2}$
40,1	40,1	0	$2 \cdot 10^{-2}$
61,1	64,4	+ 54	$3 \cdot 10^{-2}$
81,8	93,5	+205	$4 \cdot 10^{-2}$

Man löst in 100 ml Wasser 3,5 g $Na_2HPO_4 \cdot 12\,H_2O$, 6,6 g Hexamethylentetramin und 3,5 ml konz. Ammoniak, erhitzt zum Sieden, fällt mit der citronensäurehaltigen Manganlösung nach S. 413 und behandelt den Niederschlag weiter wie dort angegeben.

Tabelle 4
Angewandt 48,20 mg Mn

Gef. Mn mg	Differenz ‰	$C_6H_5O_7^{3-}:Mn^{2+}$
47,82	−8	12 :1
48,03	−4	6 :1
48,12	−2	3 :1
48,15	−1	1,5:1

Bestimmung von Phosphat

Die zu untersuchende Phosphatlösung wird mit 2 g Ammoniumsulfat versetzt und mit Ammoniak gegen Bromthymolblau oder Phenolphthalein neutralisiert. Hierauf fügt man 2 g Hexamethylentetramin zu, bringt mit Wasser auf eine geeignete Konzentration und erhitzt zum Sieden. Die Fällung wird durch langsames Zutropfen (10—20 min) einer 1,5%igen (0,1 m) Mangansulfatlösung unter ständigem Rühren durchgeführt. Nach beendeter Fällung verfährt man weiter wie S. 413 angegeben. Die Phosphorsäurekonzentration darf nicht unter $5 \cdot 10^{-3}$ m sinken (Tab. 5).

Bei der acidimetrischen Titration des Niederschlages dürfen nicht mehr als 50 mg P_2O_5 zugegen sein. Diese Menge ist 40 mg Mn äquivalent. (Tab. 6).

Tabelle 5
$MnSO_4$-Konzentration 0,1 m

Angew. P_2O_5 mg	Gef. P_2O_5 mg	Differenz ‰	P_2O_5 Mole/l
73,9	73,4	−7	$2 \cdot 10^{-3}$
73,9	73,6	−4	$5 \cdot 10^{-3}$
40,9	40,8	−2	$1 \cdot 10^{-2}$
73,9	73,9	0	$5 \cdot 10^{-2}$

Tabelle 6

Angew. P_2O_5 mg	Verbr. 0,1 n Salzsäure ml	Gef. P_2O_5 mg	Differenz ‰
20,47	5,77	20,48	0
30,70	8,67	30,77	+ 2
40,93	11,54	40,95	0
51,17	14,36	50,96	− 4
61,10	17,14	60,83	−10
71,63	19,95	70,81	−11

In Anwesenheit von *Molybdän* im System $PO_4^{3-}:MoO_4^{2-} = 1:12$ kann die Phosphorsäure nicht ohne weiteres gravimetrisch bestimmt werden. Durch Zusatz von viel Ammoniumsulfat wird zwar die Mit-

fällung von Molybdän vollkommen verhindert, der Niederschlag wird trotzdem nicht ganz formelrein ausgeschieden.

Für die acidimetrische Titration ist aber die Reinheit des Niederschlages nicht maßgebend, wesentlich ist nur, daß die Phosphorsäure quantitativ ausgeschieden ist und die Molybdänsäure vollkommen in der Lösung bleibt. Dies wird erreicht, wenn man das Ammoniumsulfat nicht gleich in voller Menge zusetzt, sondern allmählich bei der tropfenweisen Fällung zusammen mit Mangansulfat zugibt.

Zu einer neutralisierten Lösung, welche $PO_4^{3-}:MoO_4^{2-} = 1:12$ enthält, werden 2 ml konz. Ammoniak (um das Ausfallen von $MnMoO_4$ zu vermeiden) und 2 g Hexamethylentetramin zugesetzt. Die Fällung wird in der Hitze durch Zutropfen einer Lösung, enthaltend 1,5% Mangansulfat und 25% Ammoniumsulfat, unter ständigem Rühren ausgeführt. Für 100 mg P_2O_5 sind etwa 20 ml dieser Lösung notwendig, während die Fällungsdauer etwa 20 min betragen soll. Um das während der Fällung verdampfte Ammoniak zu ersetzen, muß am Ende noch 1 ml konz. Ammoniak zugegeben werden. Die Titration erfolgt wie S. 413 angegeben. Tab. 7 zeigt die Ergebnisse.

Tabelle 7
Angewandt 81,9 mg P_2O_5

Verbr. 0,1 n Salzsäure ml	Gef. P_2O_5 mg	Differenz ‰
23,07	81,9	0
23,00	81,6	−4
23,11	82,0	+1
23,00	81,6	−4

Zur Phosphatbestimmung in Anwesenheit von *Citronensäure* verfährt man wie bei Mangan, S. 413 angegeben. Bei der Fällung ist ein so großer Manganüberschuß anzuwenden, daß in der Lösung weniger als 1 Mol Citronensäure auf 3 Mn^{2+} entfällt.

Abschließend sei vermerkt, daß die für die $MnNH_4PO_4 \cdot H_2O$-Fällung angegebene Arbeitsweise auch sehr gut für die Fällung von $ZnNH_4PO_4 \cdot H_2O$ (Bestimmung von Zink oder Phosphat) geeignet ist. Nur muß in diesem Fall sehr genau mit Ammoniak gegen Bromkresolpurpur (p_H 6,8) neutralisiert werden.

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit werden Bestimmungsmethoden von Mangan und Phosphat beschrieben, die auf der Fällung als $MnNH_4PO_4 \cdot H_2O$ beruhen. Der Niederschlag wird in sehr reiner kristalliner Form erhalten, wenn man der Lösung große Mengen an Ammoniumsulfat und Hexamethylentetramin zufügt und in der Siedehitze sehr langsam tropfenweise unter ständigem Rühren fällt. Bei der Fällung muß stets die Manganlösung der Phosphatlösung zugesetzt werden und nicht umgekehrt. Der abfiltrierte, mit kaltem Wasser und mit Alkohol gewaschene Niederschlag kann nach dem Trocknen bei 105° C als $MnNH_4PO_4 \cdot H_2O$ oder nach dem Glühen als $Mn_2P_2O_7$ gewogen oder schließlich nach dem Lösen in Salzsäure mit Lauge titriert werden. Das Verfahren ist innerhalb gewisser Grenzen zu Mangan- und Phosphatbestimmungen neben Mo, Hg und Citronensäure anwendbar.

Summary

Methods are described for the determination of manganese(II) and phosphate based on the precipitation of $MnNH_4PO_4 \cdot H_2O$. A very pure and crystalline precipitate is obtained when working at boiling temperature, dropwise and with constant stirring and in the presence of large amounts of ammonium sulphate and hexamethylenetetramine. Manganese solution must always be added to the phosphate solution, not vice versa. After filtration and washing with cold water and alcohol the precipitate can either be dried at 105° C and weighed as $MnNH_4PO_4 \cdot H_2O$ or ignited and weighed as $Mn_2P_2O_7$ or dissolved in hydrochloric acid and titrated with sodium hydroxide solution. With certain restrictions the method is also applicable to manganese and phosphate determinations in presence of Mo, Hg and citric acid.

Literatur

[1] Grützner, B.: Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **236**, 374 (1898). — [2] Hundeshagen, P.: Z. öffentl. Chem. **17**, 284 (1911). — [3] Njegovan, V. N., I. M. Kolthoff u. E. B. Sandell: Anorganska kvantitativna analiza, übersetzt in das Serbokroatische von V. N. Njegovan, Zagreb 1951, Anm. des Übersetzers S. 338. — [4] Njegovan, V. N., u. B. Morsan: diese Z. **131**, 187 (1950). — [5] Schmitz, E.: Mitt. dtsch. pharmaz. Ges. **20**, 201 (1910). — [6] Springer, J. W.: Z. angew. Chem. **37**, 482 (1924). — [7] Šušić, S. K.: Glas. hem. društva (Beograd) **16**, 207 (1951); **17**, 265 (1952); Zbor. rad. Polj. fakulteta (Beograd) **2**, 1 (1954). — [8] Šušić, S. K.: Glas. hem. društva (Beograd) **17**, 321 (1952). — [9] Šušić, S. K.: Zbor. rad. Polj. fakult. **2**, 1, 195 (1954); Letopis nauč. rad. Polj. fak., Novi Sad **1**, 1 (1957). — [10] Šušić, S. K., u. V. N. Njegovan: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **7**, 304 (1952); vgl. diese Z. **141**, 203 (1954). — [11] Walker, P.: Chem. News **26**, 515 (1902).

Prof. Dr. V. N. Njegovan, Livadićeva 16, Zagreb (Jugoslawien)
Prof. Dr. S. K. Šušić, Maršala Tita 18, Zemun (Jugoslawien)

Aus dem Institut für allgemeine Chemie an der landwirtschaftlichen Fakultät in Beograd-Zemun, Jugoslawien

Über die Verwendung von Hexamethylentetramin zur gravimetrischen Trennung dreiwertiger Kationen von den zweiwertigen

Von

S. K. Šušić, V. N. Njegovan und B. Šolaja †

(Eingegangen am 29. Mai 1961)

Über die Trennung von Eisen und Aluminium von Mangan haben wir schon früher berichtet[5,8,9]. Der Vorteil der Fällung mit $HgNH_2Cl$ besteht nicht nur in der automatischen Einstellung des geeigneten p_H-Wertes, sondern auch darin, daß die Anwesenheit des Quecksilbersalzes in der

Lösung die Adsorption von Mangan an Eisen bzw. Aluminium verhindert (Tab. 1).

Daraus folgt, daß das anwesende Quecksilbersalz die Rolle eines *Schutzreaktives* spielt, welches die Adsorption des Mangans an das kolloide Eisenhydroxid verhindert, was im Prinzip auch für das Aluminiumhydroxid gültig ist.

Tabelle 1
Angewandt 90,9 mg Fe und 79,2 mg Mn

Gef. Fe mg	Diff. ‰	p_H am Ende der Fällung	Fällung mit
92,7	+19	6,4	NH_4OH
91,1	+ 2	6,4	$HgNH_2Cl$
96,5	+61	7,2	NH_4OH
91,1	+ 2	7,2	$HgNH_2Cl$

Bemerkt sei, daß bei Aluminium eine relativ größere Menge an $HgNH_2Cl$ als bei Eisen erforderlich ist. Außerdem müssen beim Aluminium zur Koagulation des Niederschlages 2—3 g Ammoniumchlorid zugesetzt werden. Unter diesen Verhältnissen wirken weder der amphotäre Charakter des Aluminiumhydroxids noch seine Löslichkeit störend.

Viel schwieriger sind glatte Trennungen zu erzielen, wenn sich die p_H-Fällungsintervalle des dreiwertigen und des zweiwertigen Partners teilweise überdecken. In diesen Fällen versuchten Solaja und seine Mitarb.[6] mit einigen anderen Quecksilbersalzen zum Ziele zu kommen.

Wir trachteten dieses Problem dadurch zu lösen, daß wir bei den Fällungen außer Quecksilberchlorid noch Hexamethylentetramin zusetzten (siehe auch[2,4]). Aus dem Gemisch von Quecksilberchlorid, zweiwertigen und dreiwertigen Kationen fällt in Anwesenheit von Hexamethylentetramin bei p_H 2 zuerst die komplexe Verbindung $2\,HgCl_2 \cdot (CH_2)_6N_4 \cdot 2\,H_2O$ aus, welche als Schutzreagens die Adsorption von 2wertigen Kationen an die Hydroxide der 3wertigen verhindert. Das ist eine weitere gute Eigenschaft des Hexamethylentetramins, die in der analytischen Chemie verwertbar ist (siehe auch[9]). Die Fällung soll bei gewöhnlicher Temperatur stattfinden, da bei höheren Temperaturen der Komplex teilweise in seine Komponenten zerfällt; bei der Fällung sollen höchstens 5 g Ammoniumsulfat in 200 ml Lösung zugegen sein, da eine höhere Konzentration zu niedrige Werte liefert.

Trennungen Aluminium-Zink und Eisen-Zink. Man versetzt die zu untersuchende Lösung mit 20 ml 25%iger Ammoniumsulfatlösung (5 g) und 100 ml 5%iger Quecksilberchloridlösung (5 g), verdünnt mit Wasser auf 200 ml und setzt bei gewöhnlicher Temperatur tropfenweise unter ständigem Rühren innerhalb von 25 min 25 ml einer 25%igen Hexamethylentetraminlösung zu, die 0,5 ml konz. Ammoniak enthält. Es fallen zunächst der Quecksilberkomplex und anschließend Aluminium- bzw. Eisenhydroxid aus. Um die Niederschläge ständig unter Wasser zu halten, wird nach Bedarf die notwendige Menge Wasser zugegossen. Nach der Fällung wird der Niederschlag filtriert, vorsichtig (Kupelle!) verbrannt und geglüht.

Die Verbrennung des Eisenniederschlages muß besonders vorsichtig erfolgen. Neben den Verlusten durch zu stürmische Verflüchtigung von Quecksilberchlorid können Fehler dadurch entstehen, daß die bei der Verbrennung des Hexamethylen-

tetramins entstandene Kohle den Niederschlag teilweise reduziert. Die Glühdauer muß deshalb auf mindestens 80 min bemessen werden (Tab. 2).

Zur Zinkbestimmung setzt man dem Gesamtfiltrat 5 g Ammoniumsulfat zu, engt auf 200 ml ein, erhitzt zum Sieden und fällt das $ZnNH_4PO_4 \cdot H_2O$ nach Zugabe von Bromthymolblau in der Siedehitze durch Zutropfen von etwa 20 ml 5%iger $Na_2HPO_4 \cdot 12\,H_2O$-Lösung. Nach Zusatz von Ammoniak bis p_H 6,8 (Grüngelb) läßt man auf dem Wasserbade stehen, bis der Niederschlag kristallin geworden ist und wägt nach Glühen als $Zn_2P_2O_7$.

Tabelle 2

Angewandt 109,2 mg Fe und 99,1 mg Zn

Gef. Fe mg	Diff. ‰	Glühdauer min
104,9	−42	20
107,5	−16	40
109,2	0	80

Trennungen Eisen-Nickel und Aluminium-Nickel. Das Filtrat nach der üblichen Trennung von Eisen bzw. Aluminium soll unter den gegebenen Bedingungen den p_H-Wert 5,6 besitzen und neben Nickel und Quecksilber noch 10 bis 15 g Ammoniumsulfat und 5 g Hexamethylentetramin enthalten. Unter diesen Verhältnissen kann das Nickel wie üblich mit Dimethylglyoxim bestimmt werden. Gute Werte sind aber nur bei einer Konzentration unterhalb von $2 \cdot 10^{-2}$ m Ni^{2+} zu erhalten. (Tab. 3).

Tabelle 3

Angew. 109,2 mg Fe

Gef. Fe mg	Diff. ‰	Angew. Ni mg	Gef. Ni mg	Diff. ‰	Ni^{2+} m
109,2	0	106,0	131,6	+250	$5 \cdot 10^{-3}$
109,3	+1	53,0	52,8	− 4	$2 \cdot 10^{-3}$
108,9	−3	132,5	132,2	− 2	$2 \cdot 10^{-3}$
109,1	−1	132,5	132,5	0	$2 \cdot 10^{-3}$

Trennung Eisen-Kupfer. Diese Trennung kann nicht ohne weiteres mit Quecksilberchlorid und Hexamethylentetramin bewerkstelligt werden, da infolge hydrolytischer Spaltung des Hexamethylentetramins basisches Kupfersalz ausfällt. Die Hydrolyse muß durch einen Zusatz von 4 ml 25%igem Formaldehyd zurückgedrängt werden.

Tabelle 4

Angew. Cu mg	Gef. Cu mg	Diff. ‰	Amm. Sulf. g
48,2	48,2	0	5
48,2	48,3	− 2	10
24,1	21,1	−129	15

Das Filtrat nach der Eisenfällung wird mit Essigsäure neutralisiert und das Kupfer nach Funk u. Ditt[1] mit Anthranilsäure bestimmt. Nach unseren Versuchen wirkt dabei eine zu hohe Ammoniumsulfatkonzentration schädlich (Tab. 4).

Die Kupferkonzentration soll nicht höher als $4 \cdot 10^{-3}$ m sein (Tab. 5).

Tabelle 5

Angew. Fe mg	Gef. Fe mg	Diff. ‰	Angew. Cu mg	Gef. Cu mg	Diff. ‰	Cu^{2+}-Konz. m
109,2	109,1	− 1	96,4	96,1	−3	$4 \cdot 10^{-3}$
109,2	110,4	+12	192,8	191,5	−7	$8 \cdot 10^{-3}$
54,6	54,7	+ 2	98,8	98,6	−2	$4 \cdot 10^{-3}$

Trennung Eisen-Kobalt. Trotzdem das Kobalt bei etwas höherem p_H-Wert als Nickel auszufallen beginnt, kann es dennoch nach dem obigen Verfahren nicht ohne weiteres von Eisen getrennt werden. Man muß annehmen, daß eine Verbindung zwischen $Co(OH)_2$ und $Fe(OH)_3$ entsteht, die im schwachsauren Mittel nicht vollständig löslich ist und dadurch zu hohe Eisenwerte verursacht[3]. Durch einen Zusatz von 4 ml 25%igem Formaldehyd kann diese Fehlerquelle beseitigt werden. Im Filtrat wird das Kobalt nach Spacu u. Dick[7] bestimmt.

Zusammenfassung

Das bekannte Quecksilberamidochloridverfahren zur Trennung der dreiwertigen Elemente von den zweiwertigen kann nach den in der vorliegenden Arbeit beschriebenen Versuchen bedeutend verbessert werden, wenn man die zu untersuchende Lösung mit Quecksilber(II)-chlorid versetzt und die Fällung der dreiwertigen Elemente dann mit Hexamethylentetramin bewirkt. In der Lösung sollen große Mengen Ammoniumsulfat (aber nicht mehr als 5 g je 200 ml Lösung) zugegen sein. Die Fällung erfolgt bei Raumtemperatur tropfenweise unter ständigem Rühren. Eisen und Aluminium können auf diese Art glatt von Zink und Nickel getrennt werden. Zur Trennung von Kupfer und Kobalt ist noch Formaldehyd zuzusetzen, um die Hydrolyse des Hexamethylentetramins zurückzudrängen.

Summary

The usual mercuric amidochloride method for the separation of trivalent from divalent elements has been improved. Mercuric chloride is added to the sample solution and trivalent elements are precipitated by addition of hexamethylenetetramine. Large amounts of ammonium sulphate should be present (yet not more than 5 g/200 ml). The precipitation is performed at room temperature, dropwise with constant stirring. In this way iron and aluminium can be separated accurately from zinc and nickel. For the separation of copper and cobalt an addition of formaldehyde is necessary in order to restrain hydrolysis of hexamethylenetetramine.

Literatur

[1] Funk, H., u. M. Ditt: diese Z. **93**, 245 (1933). — [2] Kolle, C.: Bull. Soc. Chim. Romania **2**, 89 (1920). — [3] Kolthoff, I. M., u. L. Overholser: J. physic. Chem. **43**, 767 (1939). — [4] Rây, P., u. A. K. Chattopadhya: Z. anorg. allg. Chem. **169**, 99 (1928); vgl. diese Z. **78**, 133 (1929). — [5] Šolaja, B.: Chemiker-Ztg. **47**, 557 (1923); **49**, 337 (1925). — [6] Šolaja, B.: Vestnik slov. kem. društva (Ljubljana) **1**, 135 (1954) (deutsch), daselbst ältere Literaturangaben. — [7] Spacu, G., u. J. Dick: diese Z. **71**, 97, 442 (1927). — [8] Šušić, S. K., u. V. N. Njegovan: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **7**, 304 (1952); vgl. diese Z. **141**, 203 (1954). — [9] Šušić, S. K., V. N. Njegovan u. B. Šolaja: diese Z. **183**, 412 (1961).

Prof. Dr. V. N. Njegovan, Livadićeva 16, Zagreb (Jugoslawien)
Prof. Dr. S. K. Šušić, Maršala Tita 18, Zemun (Jugoslawien)

Osram-Studiengesellschaft für elektrische Beleuchtung, Berlin

Tartrat- und Citratpuffer

Von
G. Gottschalk

(Eingegangen am 2. Juni 1961)

Neben den in der analytischen Praxis häufig verwendeten Puffersystemen $CH_3 \cdot COONa/CH_3 \cdot COOH$ für den p_H-Bereich 3,7—5,6 und NH_4Cl/NH_3 für den p_H-Bereich 8,6 bis 10,5[1] werden in vielen Fällen auch die Puffersysteme

NaOH bzw. NH_3/Weinsäure	p_H-Bereich 2,3 bis 4,5
NaOH bzw. NH_3/Citronensäure	p_H-Bereich 2,7 bis 5,6

wegen der maskierenden Eigenschaften auf drei- und vierwertige Kationen herangezogen.

Zwar liegen für Tartrat- und Citratpuffersysteme bereits eine Reihe von Untersuchungen vor (Sörensen sowie Britton u. Welford[2]), doch sind diese entweder unvollständig oder für den Analytiker erst nach Umrechnung brauchbar.

Im folgenden werden Ergebnisse an Lösungen mitgeteilt, deren Gesamtkonzentration

$$c = 0{,}2 \text{ molar an Tartrat- bzw. Citrationen}$$

ist. Die Meßdaten können in einfachen empirischen Formeln zusammengefaßt werden, die bei vorgegebener Menge der Komponenten eine Berechnung der sich einstellenden p_H-Werte ermöglichen.

Die Messungen wurden mit dem Präzisions-p_H-Meter 35 der Fa. Knick (Berlin-Zehlendorf) in Verbindung mit den Glaselektroden-Einstabmeßketten 401 NS (p_H 1—8) bzw. HA 401 NS (p_H 8—12) der Fa. Ingold (Frankfurt/Main) durchgeführt. Die Meßzelle wurde an einen Thermostaten angeschlossen und auf 20,0 ± 0,1 oder 50,0 ± 0,2° C temperiert.

Bei Ansatz der Lösungen wurden in jedem Fall

10,00 ml 2 m Weinsäure oder Citronensäure

in einen 100 ml-Meßkolben vorgegeben, mit V_B ml 2 n Natronlauge bzw. Ammoniak versetzt und der Kolben nach Temperieren auf 20,0 ± 0,1° C mit Wasser zur Marke aufgefüllt. Die Meßdaten bei 20° C stammen aus 2 Parallelreihen.

Das Tartrat-Puffersystem

Tab. 1 bringt die Ergebnisse der Messungen mit NaOH und NH_3 als Pufferkomponente.

Tabelle 1. *p_H-Werte des Tartratpuffers (10,0 ml 2 m Weinsäure je 100 ml)*

V_B 2 n Base ml	NaOH 20°C	NH_3 20°C	NaOH 50°C	V_B 2 n Base ml	NaOH 20°C	NH_3 20°C	NaOH 50°C
0,0	1,82	1,81	1,81	12,0	3,58	3,69	3,13
1,0	2,08	2,09	2,05	13,0	3,73	3,80	3,25
2,0	2,29	2,31	2,23	14,0	3,87	3,88	3,39
3,0	2,47	2,50	2,32	15,0	3,99	4,01	3,59
4,0	2,63	2,67	2,41	16,0	4,10	4,15	3,76
5,0	2,76	2,82	2,50	17,0	4,28	4,32	4,00
6,0	2,88	2,95	2,59	18,0	4,49	4,52	4,27
7,0	3,01	3,09	2,74	19,0	4,80	4,83	4,65
8,0	3,15	3,23	2,84	19,5	5,12	5,20	5,03
9,0	3,23	3,37	2,91	20,0	9,76	7,40	9,39
10,0	3,36	3,47	3,00	21,0	12,10	8,35	—
11,0	3,46	3,57	3,01	30,0	12,65	9,42	—

Eine ausreichende Pufferkapazität und Reproduzierbarkeit der p_H-Werte ist nur im Bereich von

$$V_B = 2{,}0 \text{ bis } 18{,}0 \text{ ml 2 n Base}$$

gewährleistet. Für 20°C ergibt eine Ausgleichsrechnung mit jeweils 17 Wertpaaren ($n = 34$) die Beziehungen:

$$20°C \quad \begin{aligned} &\text{NaOH: } p_H = 0{,}128 \cdot V_B + 2{,}08 \\ &NH_3\text{: } \quad p_H = 0{,}128 \cdot V_B + 2{,}15 \end{aligned} \tag{1}$$

und die Standardabweichungen:

NaOH: $s = \pm 0{,}04$ und NH_3: $s = \pm 0{,}05$ p_H-Einheiten.

Setzt man anstatt V_B ml das Salz/Säure-Verhältnis von Dinatrium- bzw. Diammoniumtartrat zu freier Weinsäure in Form von $x = 1:9$ bis $9:1$ ein, so erhält man:

$$20°C \quad \begin{aligned} &\text{NaOH: } p_H = 1{,}205 \cdot \lg x + 3{,}37 \\ &NH_3\text{: } \quad p_H = 1{,}203 \cdot \lg x + 3{,}43 \end{aligned} \tag{2}$$

mit den Standardabweichungen:

NaOH: $s = \pm 0{,}04$ und NH_3: $s = \pm 0{,}11$ p_H-Einheiten.

Bei 50°C liegen die p_H-Werte des NaOH/Weinsäure-Systems im Mittel um

$$\Delta p_H = -(0{,}32 \pm 0{,}12)\ p_H\text{-Einheiten}$$

tiefer als diejenigen für 20°C, was durch geringfügige Steigerung der Dissoziation der Weinsäure verursacht sein sollte. In diesem System erfolgt bei einer vorübergehenden Erwärmung bis auf maximal 90°C eine reversible Einstellung der temperaturbedingten p_H-Werte. Ähnlich dürfte sich auch der NH_3/Weinsäure-Puffer verhalten, der jedoch nicht entsprechend untersucht wurde.

2. Das Citrat-Puffersystem

Tab. 2 bringt die Ergebnisse der Messungen mit NaOH und NH_3 als Pufferkomponente.

Tabelle 2. *p_H-Werte des Citratpuffers (10,0 ml 2 m Citronensäure je 100 ml)*

V_B 2 n Base ml	NaOH 20°C	NH_3 20°C	NaOH 50°C	V_B 2 n Base ml	NaOH 20°C	NH_3 20°C	NaOH 50°C
0,0	1,85	1,91	1,76	17,0	4,50	4,52	4,37
1,0	2,15	2,18	2,05	18,0	4,62	4,67	4,47
2,0	2,39	2,40	2,29	19,0	4,74	4,77	4,61
3,0	2,58	2,59	2,49	20,0	4,87	4,89	4,75
4,0	2,75	2,80	2,66	21,0	4,98	5,00	4,80
5,0	2,89	2,94	2,82	22,0	5,11	5,14	4,94
6,0	3,04	3,08	2,99	23,0	5,21	5,25	5,09
7,0	3,18	3,21	3,04	24,0	5,34	5,38	5,22
8,0	3,32	3,42	3,20	25,0	5,49	5,55	5,43
9,0	3,46	3,54	3,35	26,0	5,63	5,68	5,54
10,0	3,59	3,66	3,49	27,0	5,80	5,83	5,68
11,0	3,75	3,80	3,62	28,0	6,02	6,01	5,85
12,0	3,90	3,93	3,77	29,0	6,33	6,32	6,10
13,0	4,03	4,08	3,89	29,5	6,51	6,62	6,24
14,0	4,14	4,18	4,01	30,0	7,21	6,97	6,46
15,0	4,27	4,29	4,15	31,0	12,00	8,29	—
16,0	4,37	4,42	4,27	40,0	12,61	9,48	—

Eine ausreichende Pufferkapazität und Reproduzierbarkeit der p_H-Werte ist nur im Bereich von

$$V_B = 4{,}0 \text{ bis } 26{,}0 \text{ ml 2 n Base}$$

gewährleistet. Für 20°C ergibt eine Ausgleichsrechnung mit jeweils 23 Wertepaaren ($n = 46$) die Beziehungen:

$$20°C \quad \begin{matrix} \text{NaOH}: & p_H = 0{,}128 \cdot V_B + 2{,}30 \\ \text{NH}_3: & p_H = 0{,}127 \cdot V_B + 2{,}36 \end{matrix} \tag{3}$$

und die Standardabweichungen

$$\text{NaOH}: s = \pm 0{,}03 \text{ und } \text{NH}_3: s = \pm 0{,}04 \; p_H\text{-Einheiten.}$$

Setzt man anstatt V_B ml das Salz/Säure-Verhältnis von Trinatrium- bzw. Triammoniumcitrat zu freier Citronensäure in Form von $x = 1:6{,}5$ bis $6{,}5:1$ ein, so erhält man:

$$20°C \quad \begin{matrix} \text{NaOH}: & p_H = 1{,}898 \cdot \lg x + 4{,}22 \\ \text{NH}_3 & p_H = 1{,}884 \cdot \lg x + 4{,}27 \end{matrix} \tag{4}$$

mit den Standardabweichungen:

$$\text{NaOH}: s = \pm 0{,}06 \text{ und } \text{NH}_3: s = \pm 0{,}05 \; p_H\text{-Einheiten.}$$

Bei 50°C liegen die p_H-Werte des NaOH-Citronensäure-Systems im Mittel um

$$\Delta p_H = -(0{,}12 \pm 0{,}03) \; p_H\text{-Einheiten}$$

tiefer als diejenigen für 20°C, was durch geringfügige Steigerung der Dissoziation der Citronensäure verursacht sein sollte. In diesem System erfolgt bei einer vorübergehenden Erwärmung bis auf maximal 90°C eine reversible Einstellung der temperaturbedingten p_H-Werte. Ähnlich dürfte sich auch der NH_3/Citronensäure-Puffer verhalten, der jedoch nicht entsprechend untersucht wurde.

3. Bemerkungen zur praktischen Anwendung

Die Gesamtkonzentration von 0,2 molar an Tartrat bzw. Citrat erweist sich für die praktische Anwendung fast stets als ausreichend. Bei Variation der Konzentration im Bereich von 0,05—0,5 molar ist die p_H-Änderung kleiner als 0,05 p_H-Einheiten.

NaOH und NH_3 als Basenkomponente ergeben Unterschiede, die in den einzelnen Pufferbereichen geringer als 0,1 p_H-Einheiten sind. Diese relativ geringen Unterschiede können zumeist vernachlässigt werden.

Man beachte, daß Tartrat und Citrat zweiwertige Schwermetallkationen und darüber hinaus drei- und höherwertige Ionen mehr oder minder stark komplex binden. Soweit ihre Konzentration 0,02 molar (2 mMol je 100 ml) nicht übersteigt, bleiben die p_H-Änderungen unter 0,1 p_H-Einheiten. Im übrigen sind Salze starker Säuren (Chloride, Nitrate, Sulfate) ohne Einfluß, wenn vor Zugabe der Pufferkomponenten mit Natronlauge bzw. Salzsäure auf p_H 4—8 eingestellt worden ist. Die

Konzentration der Anionen schwacher Säuren wie Phosphat, Arsenat, Borat, Acetat soll unter 0,01 molar bleiben, um eine merkliche Änderung der p_H-Werte zu vermeiden.

Tartrat- und Citratpuffersysteme können nur in rein wäßrigen Lösungen realisiert werden, da es bei Gegenwart organischer Komponenten wie Äthanol, Aceton usw. zur Ausfällung von Tartraten bzw. Citraten kommt.

Zur Einstellung eines bestimmten gepufferten p_H-Wertes können verschiedene Wege beschritten werden.

(I) Man gibt, wie hier beschrieben, 10 ml 2 m Weinsäure oder Citronensäure in eine auf p_H 4—8 vorneutralisierte Lösung und versetzt danach mit V_B ml 2 n Natronlauge bzw. Ammoniak.

Wird z. B. ein p_H-Wert von 3,50 gefordert, so errechnen sich aus den umgeformten Formeln (1) und (3) gemäß

$$V_B = \frac{p_H - a}{b} \text{ ml 2 n Base}$$

folgende Zugaben

bei NaOH-Weinsäure:

$$V_B = \frac{3{,}50 - 2{,}08}{0{,}128} = 10{,}9 \text{ ml 2 n Natronlauge;}$$

bei NH_3/Weinsäure:

$$V_B = \frac{3{,}50 + 2{,}15}{0{,}128} = 10{,}5 \text{ ml 2 n Ammoniak;}$$

bei NaOH-Citronensäure:

$$V_B = \frac{3{,}50 - 2{,}30}{0{,}128} = 9{,}4 \text{ ml 2 n Natronlauge;}$$

bei NH_3/Citronensäure:

$$V_B = \frac{3{,}50 - 2{,}36}{0{,}127} = 9{,}0 \text{ ml 2 n Ammoniak}$$

(II) Man gibt zur auf p_H 4—8 vorneutralisierten Lösung V_s ml einer starken x-normalen Säure (Salz-, Salpeter-, Schwefel-, Perchlorsäure) und versetzt danach mit 10,0 ml 2 m Dinatrium- bzw. Diammoniumtartratlösung oder 2 m Trinatrium- bzw. Triammoniumcitratlösung.

In diesem Fall ist die Verwendung der Formeln (2) und (4) vorteilhafter. Die entsprechenden mMole Säure bzw. Salz sind gegeben zu:

	Säure	Salz
Tartratsystem:	$\frac{1}{2} x \cdot V_s$	$20 - \frac{1}{2} x \cdot V_s$
Citratsystem:	$\frac{1}{3} x \cdot V_s$	$20 - \frac{1}{3} x \cdot V_s$

Man erhält für x und nach Umformung für V_s

Tartratsystem:

$$x = \frac{40}{x \cdot V_s} - 1 \text{ und } V_s = \frac{40}{x\,(\varkappa + 1)} \text{ ml } x \text{ n Säure}$$

Citratsystem:

$$x = \frac{60}{x \cdot V_s} - 1 \text{ und } V_s = \frac{60}{x\,(\varkappa + 1)} \text{ ml } x \text{ n Säure}$$

Als Beispiel sei die Realisierung eines p_H-Wertes von 4,00 unter Verwendung von $x = 5$ n Säure diskutiert.

Aus

$$\lg \varkappa = \frac{p_H - a}{b}$$

folgt unmittelbar:

bei Na-Tartrat/Säure:

$$\lg \varkappa = \frac{4{,}00 - 3{,}37}{1{,}205} = 0{,}5228; \quad \varkappa = 3{,}333$$

$$V_s = \frac{40}{5 \cdot 4{,}333} = 1{,}85 \text{ ml 5 n Säure } (\triangleq 4{,}6 \text{ ml 2 n Säure})$$

bei NH_4-Tartrat/Säure:

$$\lg \varkappa = \frac{4{,}00 - 3{,}43}{1{,}203} = 0{,}4738; \quad \varkappa = 2{,}977$$

$$V_s = \frac{40}{5 \cdot 3{,}977} = 2{,}01 \text{ ml 5 n Säure } (\triangleq 5{,}0 \text{ ml 2 n Säure})$$

bei Na-Citrat/Säure:

$$\lg \varkappa = \frac{4{,}00 - 4{,}22}{1{,}898} = -0{,}1159; \quad \varkappa = 0{,}766$$

$$V_s = \frac{60}{5 \cdot 1{,}776} = 6{,}80 \text{ ml 5 n Säure } (\triangleq 17{,}0 \text{ ml 2 n Säure})$$

bei NH_4-Citrat/Säure:

$$\lg \varkappa = \frac{4{,}00 - 4{,}27}{1{,}884} = -0{,}1433; \quad \varkappa = 0{,}719$$

$$V_s = \frac{60}{5 \cdot 1{,}719} = 6{,}98 \text{ ml 5 n Säure } (\triangleq 17{,}5 \text{ ml 2 n Säure})$$

Zusammenfassung

Auf Grund von p_H-Messungen in Tartrat- und Citrat-Puffersystemen werden empirische p_H-Gleichungen abgeleitet, die im p_H-Bereich von 2,3—5,6 eine einfache Berechnung sich einstellender p_H-Werte bei vorgegebenem Komponentenverhältnis gestatten.

Summary

p_H equations are derived on the basis of p_H measurements in tartrate and citrate buffer systems. These permit—within a p_H range of 2.3 to 5.6—a simple calculation of resulting p_H values under a given ratio of components.

Herrn cand.-chem. E. Schwartz sei an dieser Stelle für die sorgfältige Durchführung der praktischen Versuche gedankt.

Literatur

[1] Gottschalk, G.: diese Z. **167**, 342 (1959). — [2] Siehe in Schwabe, K.: Fortschritte d. p_H-Meßtechnik, VEB Verlag Technik, Berlin 1958.

Dr. G. Gottschalk,
Osram G.m.b.H.-Studiengesellschaft, Berlin-Charlottenburg 1, Helmholtzstr. 2—9

Deutsche Akademie der Wissenschaften zu Berlin, Physikalisch-Technisches Institut, Bereich Luminescenzforschung, Liebenwalde

Untersuchungen über die Grenzen der potentiometrischen Simultanbestimmung von Zink und Cadmium

Von
J. Malur und H. Treptow

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 5. Juni 1961)

Das Grundmaterial sehr vieler technisch wichtiger Leuchtstoffe ist Zinkcadmiumsulfid. Für Forschung und Produktion ist es wichtig, die genaue Zusammensetzung dieser Mischkristalluminophore zu kennen, da die spektrale Lage der Emission wesentlich von dem Verhältnis Zink zu Cadmium abhängt. Für die Bestimmung der Zusammensetzung unbekannter Zinkcadmiumsulfidgemische oder fertig geglühter Luminophore suchten wir eine einfache, schnelle und ausreichend genaue analytische Methode. Durch die unterschiedlichen Dampfdrucke von Zinksulfid und Cadmiumsulfid bei der Glühung und bei unvollständiger Trocknung der Ausgangsmaterialien bleibt nämlich das angesetzte Mischungsverhältnis im geglühten Luminophor nicht erhalten. Wir benutzten die potentiometrische Bestimmungsmethode, weil sie sich mit relativ geringem Aufwand durchführen läßt. Als Grundlage für unsere Untersuchungen diente die Ausführungsform von Agasjan[1], die innerhalb der technisch wesentlichen Mengenverhältnisse zufriedenstellend arbeitet. In einem Arbeitsgang werden nacheinander in essigsaurer Lösung Zink und Cadmium

titriert. Uns interessierte besonders der Anwendungsbereich dieser Methode, d.h. welche geringsten Mengen von Cadmium lassen sich bei Anwesenheit von Zink noch bestimmen und umgekehrt.

Durchführung

Die Titration erfolgte mit einer 0,1 n Kaliumhexacyanoferrat(II)-lösung. Der Analysenlösung wurden einige Milliliter einer verdünnten Kaliumhexacyanoferrat(III)-lösung zugesetzt. Die Meßelektrode bestand aus Platin, als Gegenelektrode diente eine gesätt. Kalomelelektrode. Die Potentialmessungen erfolgten mit einem p_H-Meßgerät, sie lieferten Relativwerte in willkürlichen Einheiten. Die Maßlösung wurde aus einer Mikrobürette zugegeben, wobei der Ausfluß durch eine Capillare soweit verlängert wurde, daß er in die Lösung eintauchte. So konnte man beliebig kleine Mengen zugeben, ohne daß ein Tropfenfehler auftrat. Die Arbeitstemperatur betrug 65—70° C. Auf die Einhaltung einer gewissen Temperaturlage ist besonders zu achten, da diese auf den stöchiometrischen Faktor Einfluß hat. Dieser entspricht nicht genau dem Verhältnis, das sich nach der Reaktionsgleichung

$$3\ Zn^{2+} + 2\ K^+ + 2\ [Fe(CN)_6]^{4-} \rightarrow K_2\ Zn_3\ [Fe(CN)_6]_2 \qquad (1)$$

ergibt. In unserem Falle zeigte 1 ml 0,1 n $K_4[Fe(CN)_6]$-Lösung 9,96 mg statt 9,81 mg Zink an. Bei Cadmium wurde der Faktor 12,06 statt des Sollwertes 11,24 nach:

$$Cd^{2+} + 2\ K^+ + [Fe(CN)_6]^{4-} \rightarrow K_2\ Cd[Fe(CN)_6] \qquad (2)$$

gefunden. Bei Einhaltung der Versuchsbedingungen ist der Titer hinreichend konstant[1]. Die Titerstellung erfolgt gegen reine Salzlösungen bekannten Gehaltes. Zur Titration arbeitet man in 0,2 m essigsaurer Lösung, außerdem versetzt man zur besseren Ausbildung der Niederschläge mit einigen Millilitern einer 5%igen Kaliumsulfatlösung.

Darstellung und Auswertung der Messungen

In Abb. 1 ist eine Titrationskurve einer Zink-Cadmiumlösung dargestellt. Es wurde die Potentialänderung in willkürlichen Einheiten über dem Volumen der verbrauchten Maßlösung abgetragen. Wegen der simultanen Bestimmung muß der Umschlagspunkt für Zink aus der Kurve extrapoliert werden (gestrichelte Kurve). Diese Extrapolation ist besonders bei geringem Cadmiumgehalt mit größeren Fehlern versehen, da dann beide Kurven direkt ineinander übergehen.

Gemäß den Reaktionsgleichungen (1) und (2) hatten wir zur besseren Ausbildung des Niederschlages Kaliumsulfatlösung zugegeben. Da die Menge der Kaliumionen groß gegen die Menge der Zink- und Cadmiumionen ist, können wir die Konzentration als praktisch konstant ansehen, so daß sich die Reaktionsgleichungen auf den Typ

$$xA + yB \rightarrow A_xB_y$$

reduzieren lassen. Für diese Titrationen hat Gran[2] eine andere Darstellung der Meßergebnisse vorgeschlagen. Mit den Bezeichnungen

F = Faradaykonstante, R = allgemeine Gaskonstante, T = Temperatur in °K, E = Potential, V_0 = Volumen vor Beginn der Titration, V = Volumen der zugegebenen Maßlösung, V_u = Volumen der zugegebenen Maßlösung am Umschlagspunkt und den Konstanten

$$k_1 = \frac{F}{RT} \cdot \frac{2}{3},$$

$$k_2 = \frac{F}{RT} \text{ für Zink und}$$

$$k_1 = \frac{F}{RT},$$

$$k_2 = \frac{F}{RT} \text{ für Cadmium}$$

ergeben sich die Gleichungen

$$\frac{1}{V_0 + V} \cdot \frac{dV}{dE} = k_1 \frac{V_u - V}{V_0 + V_u} \quad (3)$$

$$\frac{1}{V_0 + V} \cdot \frac{dV}{dE} = k_2 \frac{V - V_u}{V_0 + V_u}. \quad (4)$$

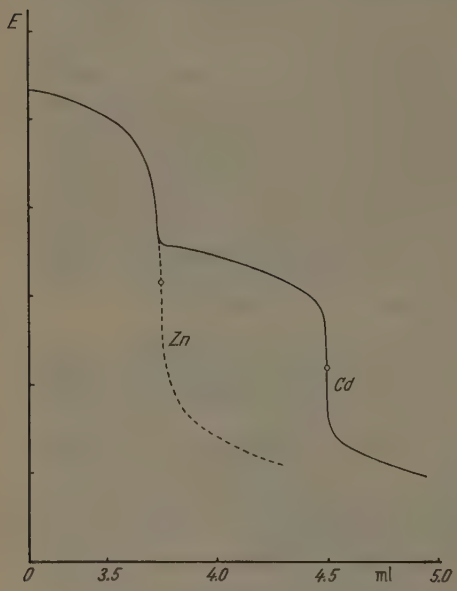

Abb. 1. Potentialverlauf für eine simultane Zink-Cadmiumbestimmung

Die Gl. (3) gilt bis zum Umschlagspunkt, die Gl. (4) vom Umschlagspunkt ab. Für zwei nicht zuweit voneinander entfernte Meßwerte läßt sich der Differentialquotient durch den Differenzenquotienten ersetzen und der Ausdruck

$$\frac{1}{V_0 + V} \cdot \frac{\Delta V}{\Delta E}$$

berechnen. Werden diese berechneten Werte über dem Volumen der verbrauchten Maßlösung abgetragen, so ergibt sich je eine Gerade vor und nach dem Umschlagspunkt. Beide Geraden schneiden sich auf der Abszisse im Umschlagspunkt, so daß zur Bestimmung des Umschlagspunktes eine der beiden Geraden ausreicht.

In der Nähe des Umschlagspunktes können wir $V_0 + V = V_0 + V_u$ setzen. Die Abweichung $V_u - V = \pm 1$ ml ergibt bei dem verwendeten Anfangsvolumen $V_0 = 100$ ml nur einen Fehler von 1%. Mit dieser Vernachlässigung ergeben sich die Gl. (3′) und (4′):

$$\frac{\Delta V}{\Delta E} = k_1 (V_u - V) \quad (3')$$

$$\frac{\Delta V}{\Delta E} = k_2 (V - V_u). \quad (4')$$

Wir haben aus den Werten der Titration der Abb. 1 die Differenzenquotienten berechnet und in Abb. 2 dargestellt. Man erkennt, daß in dieser Darstellung die Bestimmung der Umschlagspunkte wesentlich genauer ist. Ein weiterer Vorteil ist, daß man für die Geraden mit einer geringeren Zahl von Meßpunkten auskommt. Da zur Bestimmung der

Umschlagspunkte eine der jeweils 2 Geraden ausreicht, können die beiden Umschlagspunkte auch einander sehr nahe rücken. Mit der ausgezeichneten Lage der Meßpunkte auf den Geraden ist der Beweis für die Berechtigung der Vernachlässigung der Änderung der Konzentration der Kaliumionen und der Vernachlässigung der Volumenänderung in der Umgebung des Umschlagpunktes, die uns die Gln. (3′) und (4′) ergab, erbracht worden.

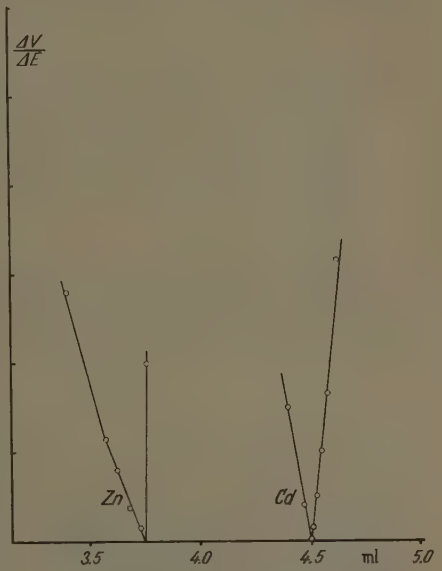

Abb. 2. Die Titration der Abb. 1 im $\frac{\Delta V}{\Delta E}$-V-Diagramm

Ergebnisse

Die Angabe der Essigsäurekonzentration ist in der Arbeit von Agasjan[1] enthalten. Wie oben erwähnt, sind die Ergebnisse gut, solange man das Mengenverhältnis von 1:10 bis 1:20 nicht unterschreitet. In unserem Falle mußten aber auch solche Präparate bestimmt werden.

Liegen geringe Mengen Cadmium neben viel Zink vor, so kann man in 0,2 m essigsaurer Lösung etwa 2 mol-% Cadmium noch sicher bestimmen. Bei geringeren Mengen jedoch ist keine Auswertung mehr möglich. Es ist auch nicht die Summe beider Elemente bestimmbar, da im Umschlagsgebiet die Potentialänderung nicht stetig verläuft. Dieser Mangel ließ sich sehr leicht umgehen, indem die Essigsäurekonzentration auf 1 m erhöht wurde. Eine Trennung war bis zu kleinsten Gehalten möglich. Eine Grenze ist dann gesetzt, wenn die zur Titration des Cadmiumanteils nötige Menge der Maßlösung in der Größenordnung der Ablesegenauigkeit der Mikrobürette liegt, in unserem Fall etwa 0,4 mol-% Cadmium. In Abb. 3 und 4 sind die Kurven für eine Probe mit 99,6 mol-% ZnS und 0,4 mol-% CdS dargestellt. Die geringe Änderung des Titers für Cadmium mit der Erhöhung des Säuregehaltes[1] konnte vernachlässigt werden, da die übrigen Fehler größer sind. Die obige Mengenangabe stellt keine absolute Grenze dar, bei geeigneten Variationen, etwa bei Verwendung einer 0,01 n Maßlösung im Umschlagsgebiet, ist noch eine weitere Senkung der Bestimmungsgrenze möglich.

Bei der Simultanbestimmung von Zinkcadmiumsulfiden mit geringem Zinkgehalt wird die Erfassungsgrenze des Zinks durch 2 Faktoren festgelegt. Da zur ausreichend genauen Bestimmung des Zink-Umschlagspunktes mehrere Meßpunkte der Anfangskrümmung des Potentialverlaufs notwendig sind, soll bei Verwendung einer 0,1 n Maßlösung der Verbrauch nicht weniger als 0,15 ml betragen. Es können also noch 1,5 mg Zink in 100 ml Lösung einwandfrei bestimmt werden. Weiterhin zeigen die Messungen, daß sich bei großem Cadmiumüberschuß das Zinkpotential nicht ausbildet, sondern nur der Potentialverlauf des Cadmiums nach geringen anfänglichen Unstetigkeiten meßbar ist. Auch eine Erhöhung der Säurekonzentration bringt in diesem Falle keinen Vorteil. Die verbrauchte Maßlösung entspricht der Summe beider Elemente. Die Grenze für eine Simultanbestimmung in essigsaurer Lösung liegt bei 5 mol-% Zink.

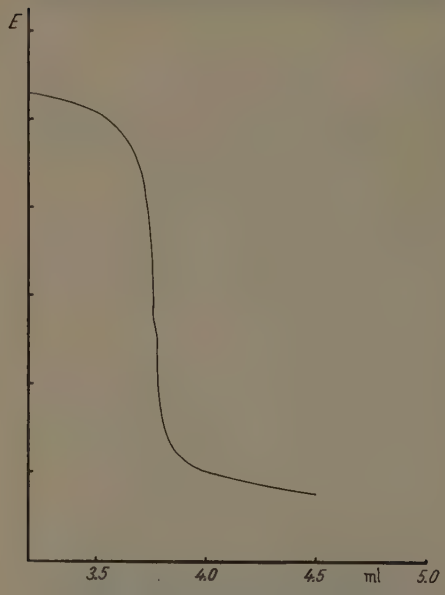

Abb. 3. Potentialverlauf einer Bestimmung mit 0,4 mol-% Cadmium

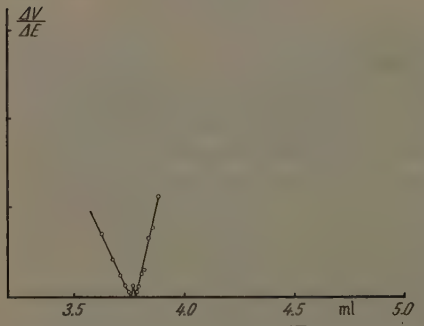

Abb. 4. Die Titration der Abb. 3 im $\frac{\Delta V}{\Delta E}$-V-Diagramm

Geringe Anteile Zink können nach Agasjan[1] in 0,2 m salzsaurer Lösung allein auch neben viel Cadmium titriert werden, da dann nur Zink einen Niederschlag bildet. Die Summe Zn + Cd wird in essigsaurer Lösung bestimmt. Es läßt sich aber auch mit Hilfe von Ionenaustauschern die Hauptmenge des Cadmiums abtrennen. Die Leistungsfähigkeit der Methode ist an einigen Beispielen in der Tabelle dargestellt.

Da die Titrationen bei verschiedenen Säurekonzentrationen durchgeführt wurden, mußte auch geprüft werden, ob die Zusammensetzung der Niederschläge vom p_H-Wert abhängig ist. Eine geringfügige Abhängigkeit wurde bereits für Cadmium festgestellt[1]. Da wir nur bei sehr

Tabelle

Nr.	vorgegeben in mg		gefunden in mg		Titration
	Zn	Cd	Zn	Cd	
1	37,73	9,10	37,70	9,05	in 0,2 m Essigsäure
2	37,73	1,82	37,80	1,85	in 1,0 m Essigsäure
3	37,73	0,29	37,70	0,38	in 1,0 m Essigsäure
4	1,51	91,00	1,64	—	in 0,2 m Salzsäure

geringen Cadmiumgehalten die Säurekonzentration erhöhten, konnte diese Änderung vernachlässigt werden. Für Zink fanden wir sowohl in 0,2 bis 1 m essigsaurer als auch in 0,2 m salzsaurer Lösung eine solche Abhängigkeit nicht, denn es ergab sich in jedem Falle genau derselbe stöchiometrische Faktor.

Zusammenfassung

Die Methode nach Agasjan[1] zur potentiometrischen Simultanbestimmung von Zink und Cadmium mit Kaliumhexacyanoferrat(II) wurde überarbeitet und auf ihre Anwendbarkeit zur Bestimmung kleiner Mengen der einen neben großen Mengen der anderen Ionenart geprüft. Diese Methode, die vor allem für die Bestimmung der Mengenverhältnisse in Zinkcadmiumsulfid-Luminophoren, aber auch für ähnliche Probleme herangezogen werden kann, liefert gute Ergebnisse in den geschilderten Variationen, wobei die Metalle in Form ihrer Chloride, Sulfate oder Nitrate vorliegen sollen.

Zudem konnte gezeigt werden, daß die von Gran[2] beschriebene Methode der Auswertung angewendet werden kann. Bei geringen Mengen einer Ionenart können die Umschlagspunkte durch nur einen Ast der Ableitungskurve mit ausreichender Genauigkeit bestimmt werden.

Summary

The method of Agasjan[1] for the simultaneous potentiometric determination of zinc and cadmium with potassium hexacyanoferrate(II) was revised and examined for its applicability to the determination of small quantities of one ion in presence of large amounts of the other one. The method is to be used mainly for the determination of quantity ratios in zinc-cadmium sulphide luminophores but also for other similar purposes. Good results are obtained in the described variations where the metals should be present as chlorides, sulphates or nitrates. The method of

evaluation given by Gran[2] can be used. With small amounts of one type of ion the inflection points can be determined with sufficient accuracy by one part of the derivative curve.

Literatur

[1] Agasjan, P. K.: Zavodskaja Laborat. **24**, 532 (1958); vgl. diese Z. **167**, 281 (1959). — [2] Gran, G.: Acta chim. scand. **4**, 559 (1950); Analyst **77**, 661 (1952); vgl. diese Z. **134**, 124 (1951/52).

Dipl.-Chem. Johannes Malur, Dipl.-Phys. Heinz Treptow,
Physikalisch-Technisches Institut, Liebenwalde/Finowkanal, Am Kietz 9

Aus der Bundesanstalt für Materialprüfung, Berlin-Dahlem

Verfahren zum chromatographischen Nachweis von Hydroxyaldehyden auf Kieselgelschichtplatten

Von
H.-J. Petrowitz

(Eingegangen am 21. Juni 1961)

Über die Trennung aromatischer Aldehyde mit Hilfe verschiedener chromatographischer Verfahren ist bereits mehrfach berichtet worden. So trennten Pearl u. Dickey[9] Vanillin und Syringaaldehyd säulenchromatographisch an Magnesol, nachdem es vorher Bland[2] gelungen war, ein entsprechendes Gemisch papierchromatographisch zu zerlegen. Ebenso konnte eine Reihe anderer aromatischer Aldehyde mit Hilfe der Papierchromatographie identifiziert werden[1,3,6,7,10,15], wobei die Arbeitstechnik verschiedentlich geändert wurde, indem z.B. Newcombe u. Reid[8] auf einem mit Natriumhydrogensulfit imprägnierten Papier chromatographierten oder Sundt u. Winter[16] die 2,4-Dinitrophenylhydrazone aromatischer Carbonylverbindungen trennten.

In den letzten Jahren konnte eine von Kirchner u. Mitarb.[5] entwickelte und von Stahl[11–14] weiter ausgebaute adsorptionschromatographische Methode, die Dünnschichtchromatographie, vielseitig bei analytischen Arbeiten eingesetzt werden. Von einigen deutlichen Vorteilen gegenüber der Papierchromatographie sei hier der geringe Zeit- und Materialaufwand bei guter Trennwirkung für das Durchführen der Chromatographie hervorgehoben.

Eigene Versuche, Gemische aromatischer Hydroxyaldehyde an dünnen Kieselgelschichten zu trennen, führten zu guten Ergebnissen. Ein

Anlaß zu Untersuchungen bot sich im Verlauf von Arbeiten über den biologischen Abbau des Lignins durch pflanzliche und tierische Organismen.

Bei diesen Arbeiten wurden manuell bereitete Schichten aus 4 g Kieselgel G (für die Dünnschichtchromatographie nach STAHL, Merck) auf Glasplatten der Abmessung 18 × 6,5 cm benutzt. Als Lösungsmittelsystem eignete sich besonders Benzol-Methanol (95 + 5), in das die Platten etwa 0,5 cm tief eintauchten. Es wurde aufsteigend chromatographiert, wobei das Lösungsmittel eine Laufstrecke von 12 cm in etwa 60 min durchlief. Das Sichtbarmachen der Substanzflecken erfolgte durch Besprühen mit einer soda-alkalischen 0,1 n Kaliumpermanganatlösung.

Tabelle

Substanz	R_f-Wert	Substanz	R_f-Wert
p-Hydroxybenzaldehyd	0,17	Protocatechualdehyd	0,06
Salicylaldehyd	0,91	Vanillin	0,27
Anisaldehyd	0,65	o-Vanillin	0,53
Syringaaldehyd	0,14	Veratrumaldehyd	0,45

Die untersuchten Substanzen und die zugehörigen R_f-Werte sind in der Tabelle aufgeführt. Unverkennbar ist der Einfluß der jeweils im Molekül vorhandenen Hydroxylgruppen auf den R_f-Wert: Aldehyde mit freien Hydroxylgruppen (ohne orthoständige Aldehydgruppe) werden am stärksten adsorbiert; eine zunehmende Anzahl von Methoxylgruppen an Stelle der phenolischen OH-Gruppen vermindert das Adsorptionsvermögen. Demzufolge wandert Anisaldehyd vor p-Hydroxybenzaldehyd und Veratrumaldehyd vor Vanillin und Protocatechualdehyd. Enthält eine Verbindung jedoch eine Hydroxylgruppe in Orthostellung zur Aldehydgruppe, so wandert diese infolge Ausbildung innermolekularer Wasserstoffbrücken vor den entsprechenden parasubstituierten Isomeren im Chromatogramm (Salicylaldehyd vor p-Hydroxybenzaldehyd, o-Vanillin vor Vanillin). Dieses Verhalten entspricht der von HOYER[4] aufgestellten Isomerenregel.

Für einige Substanzen möchte ich der Fa. Riedel de Haën meinen Dank aussprechen.

Literatur

[1] BERGNER, K. G., u. H. SPERLICH: Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. **47**, 134 (1951). — [2] BLAND, D. E.: Nature (London) **164**, 1093 (1949). — [3] HEIDE, R. T., u. J. F. LEMMERS: Perfum. essent. Oil Rec. **45**, 21 (1954). — [4] HOYER, H.: Chem. Ber. **86**, 1016 (1953). — [5] KIRCHNER, J. G., J. M. MILLER u. G. J. KELLER: Analyt. Chemistry **23**, 420 (1951); vgl. diese Z. **136**, 370 (1952). — [6] KODINA, L. A.: Dokl. Akad. Nauk SSSR **129**, 1297 (1959). — [7] MITCHELL, L. C.: J. Assoc. off. agric. Chemists **36**, 1123 (1953). — [8] NEWCOMBE, A. G., u. S. G. REID: Nature (London) **172**, 455 (1953); vgl. diese Z. **142**, 444 (1954). — [9] PEARL, I. A., u. E. E. DICKEY: J. Amer. chem. Soc. **73**, 863 (1951); vgl. diese Z. **142**, 45 (1954). — [10] REIO, L.: J. Chromatogr. (Amsterdam) **1**, 338 (1958); vgl. diese Z. **172**, 157 (1960). —

[11] Stahl, E.: Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. **292/64**, 411 (1959). — [12] Stahl, E.: Chemiker-Ztg. **82**, 323 (1958). — [13] Stahl, E.: Parfümerie u. Kosmet. **39**, 564 (1958). — [14] Stahl, E.: Pharmaz. Rdsch. **1**, 1 (1959). — [15] Stoll, S., u. Y. Bouteville: Ann. Falsificat. Fraudes **47**, 183 (1954); vgl. diese Z. **146**, 281 (1955). — [16] Sundt, E., u. M. Winter: Analyt. Chemistry **30**, 1620 (1958); vgl. diese Z. **169**, 449 (1959).

Dr. Hans-Joachim Petrowitz,
Bundesanstalt für Materialprüfung, Berlin-Dahlem, Unter den Eichen 87

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

II. Analyse anorganischer Stoffe

Die spektralphotometrische Vanadiumbestimmung als Molybdovanadiumsäure untersuchen G. W. Wallace und M. G. Mellon[1]. Diese intensiv gelbgefärbte einfache Heteropolysäure hat sowohl nach der Jobschen Methode der kontinuierlichen Variation als auch nach der Molquotientenmethode[2] ein Mo/V-Verhältnis 5:1. Der Einfluß der Acidität auf die Komplexbildung ist signifikant. Die 5-Molybdovanadiumsäure ist nur in einem sehr engen p_H-Bereich von 3,0—3,5 stabil, hier aber unabhängig von der Molybdat- und Vanadatkonzentration und von der angewandten Säure (Schwefel-, Salpeter-, Perchlor- und Salzsäure). Die volle Farbtiefe ist nach 20—30 min erreicht und bleibt mindestens 24 Std lang erhalten. Eine Verunreinigung mit Kieselsäure muß wegen der Bildung der ebenfalls gelben 12-Molybdokieselsäure vermieden werden (Verwendung von Polyäthylengefäßen). Das Beersche Gesetz ist im Bereich 0—1500 μg V/50 ml streng erfüllt (Cary-Modell 10—11); das beschriebene Verfahren ist empfindlicher als die bekannte Wolframatovanadophosphorsäuremethode bei etwa denselben Störungen. Na, Cd, Cu, Zn, BO_3^{3-}, Cl^-, NO_3^-, SO_4^{2-} und ClO_4^- sind ohne Einfluß. Bei Anwesenheit von Br^- und J^- muß innerhalb von 45 min nach der Molybdatzugabe (immer im Überschuß!) gemessen werden, sonst werden die Ergebnisse zu hoch. Mn, Co, Ni, Mg, W^{VI}, Al und PO_4^{3-} können in kleineren Mengen [85—20 (Phosphat) mg/50 ml] vorhanden sein. Ba, Pb, Fe^{III}, Bi, SiO_3^{2-}, GeO_4^{2-} und AsO_4^{3-} stören. Die Extinktionsmessung erfolgt bei 360 nm; die hier relativ steile Absorptionsflanke erfordert eine sehr genaue Einstellung der Wellenlänge. — *Vanadiumstähle* enthalten meist noch Mn, Cr, Si, P, Cu, C, S, W und Fe. Davon müssen Fe, Cr und Si unbedingt entfernt werden; die anderen Begleiter stören entweder nicht oder liegen in den tolerierbaren Konzentrationsbereichen. — *Ausführung.* Die Probe mit 0,01—1,0 mg V wird mit 15 ml Salzsäure (2:1) versetzt und leicht erwärmt. Dann wird tropfenweise Salpetersäure (1:1) bis zum Aufhören der heftigen Reaktion zugegeben und nach dem Zufügen von weiteren 50 ml bis zum Lösen aller schwarzen Teilchen erhitzt. Bei Anwesenheit von Wolfram wird auf etwa 50 ml verdünnt und Wolframsäure + Kieselsäure werden abfiltriert. Nach dem Waschen mit Salzsäure (2:1) wird die Lösung auf 15 ml eingeengt. Fehlt Wolfram, erfolgt das Einengen direkt. Man überspült mit Salzsäure (2:1) in ein Schüttelgefäß (25 ml Volumen) und extrahiert mehrmals mit Dichlordiäthyläther (ist schwerer als die wäßrige Phase) zur Entfernung des Eisens. Danach erwärmt man die Lösung zur Vertreibung von Ätherresten, oxydiert etwa noch vorhandene organische Anteile mit Salpetersäure, versetzt nach dem Abkühlen mit 50 ml 70%iger Perchlorsäure und erhitzt zum

Rauchen. Nach dem Verdünnen auf 30 ml wird das Dichromat mit Bleinitratlösung tropfenweise gefällt und der geringe Bleiüberschuß mit verd. Schwefelsäure weggenommen. Der Niederschlag aus Bleichromat, Bleisulfat (und SiO_2) wird abfiltriert und das Filtrat auf 25 ml eingeengt. Nach dem Zusatz von 10 ml 2%iger Natriummolybdatdihydratlösung wird der p_H-Wert genau auf 3,0 $\pm$ 0,1 eingestellt, die Lösung in ein 50 ml-Meßkölbchen übergeführt und zur Marke aufgefüllt. Nach 30 min mißt man bei 360 nm. Die an 3 Stahlproben erhaltenen Ergebnisse sind gut.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 355—362 (1960). Purdue Univ., Lafayette, Ind. (USA). — [2] Yoe, J. H., u. A. L. Jones: Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. **16**, 111 (1944). E. Bankmann

Selen. *Über eine selektive photometrische Bestimmung von Spuren Selen* berichten H. Ariyoshi, M. Kiniwa und K. Tōei[1]. Grundlage des Verfahrens ist die Reaktion der selenigen Säure *mit o-Phenylendiamin zu Piaselenol* und nachfolgende Extraktion mit Toluol. — *Arbeitsvorschrift.* Man gibt die Lösung, die bis 30 μg Selen enthalten soll, in ein Becherglas, füllt auf ungefähr 50 ml mit Wasser auf und fügt 1—2 ml 80%ige Ameisensäure hinzu. Der p_H-Wert soll 1,5—2,5 betragen. Nach Zugabe von 2 ml 0,2%iger o-Phenylendiammoniumchloridlösung läßt man die Lösung 2 Std stehen, überführt in einen 125 ml-Schüttelzylinder und extrahiert 30 sec mit genau 10 ml Toluol. Die Toluollösung wird kurz zentrifugiert und die Extinktion in 1 cm-Quarzküvetten gegen eine Blindlösung bei 335 nm gemessen. Die Eichgerade ist von 5—25 μg Selen in 10 ml Toluol linear. Von den üblichen Kationen stören nur Wismut, Zinn(IV) und Eisen(III). Eisen(III) kann mit Komplexon maskiert werden. Von den untersuchten Anionen Chlorid, Nitrat, Sulfat, Phosphat, Tartrat und Jodid stört nur Jodid. Verff. weisen darauf hin, daß die angegebene Methode der bekannten photometrischen Bestimmung des Selens mit 3,3-Diaminobenzidin überlegen ist.

[1] Talanta (London) **5**, 112—118 (1960). Dep. Chem., Fac. Sci., Okayama Univ., Okayama (Japan). H. Specker

F. J. Langmyhr und S. H. Omang[1] beschreiben ein *spektrophotometrisches Bestimmungsverfahren von Selen(IV) mit 1,1'-Dianthrimid.* 1,1'-Dianthrimid bildet mit Bor, Germanium, Tellur und Selen beim Erhitzen mit konz. Schwefelsäure gefärbte Komplexe. Im Selenkomplex liegt ein Molverhältnis 1:1 vor. Er hat zwei Absorptionsmaxima bei 480 und 585 nm. Beim Erhitzen auf Temperaturen oberhalb 70° C zersetzt sich das 1,1'-Dianthrimid; neben der Komplexfarbe erscheint dann eine Rotfärbung, die von den Zersetzungsprodukten herrührt. Außer den oben genannten Elementen stören noch Br^- und F^- die Bestimmung. — *Ausführung.* Eine Lösung, die etwa 0,2 mg Se/ml enthält, wird mit 5 ml 1,1'-Dianthrimidlösung (siehe unten) und 20 ml 96,12%iger Schwefelsäure in einem 50 ml-Kolben 16 Std lang auf 70° C erhitzt. Nach dem Abkühlen mißt man die Extinktion mit einem Zeiss-Spektrophotometer PMQ II in 0,5 cm-Zellen. — *1,1'-Dianthrimidlösung.* 1,250 g 1,1'-Dianthrimid löst man in 96,12%iger Schwefelsäure und verdünnt auf 250 ml mit derselben Säure (= 5 mg/ml).

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 565—568 (1960). Chem. Inst. A, Univ. of Oslo, Blindern (Norwegen). Liselott Johannsen

Über die Adsorption von Polonium an Cellulose und Glas berichten R. Tauber und T. Schönfeld[1]. Die verwendeten Po-Lösungen enthielten je Liter $3 \cdot 10^{-11}$ bis $3 \cdot 10^{-10}$ Mol. Zur Po-Bestimmung wurden gewogene Mengen Lösung auf Silberblech eingedunstet und die Intensität der α-Strahlung mit einem Blättchenelektroskop festgestellt; die Messungen sind innerhalb von 2% reproduzierbar. Absolute

Werte wurden durch Vergleich mit einem Standard erhalten. Die verwendeten Glassorten sind Glaswolle aus weichem Natronglas und Glaspulver aus Wirag-Glas (ähnlich dem Jenaer Glas). Es wird vor allem der Einfluß von p_H-Wert und Salzzusätzen ermittelt und ausführlich diskutiert. Besonders die Wirkung von Salzzusätzen führt die Verff. zu der Annahme, daß die Adsorption von Radiokolloidaggregaten als der wesentliche Adsorptionsmechanismus anzusehen ist.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 222—227 (1960). Anorg. und physikalisch-chem. Inst., Univ. Wien. E. Bankmann

Die Bestimmung von 12-Wolframphosphorsäure mit Tri-n-butylamin nach C. C. Miller und D. H. Thow[1] wird nach Untersuchungen der gleichen Verff.[2] durch Eisen gestört. Der sich dabei bildende Niederschlag der Zusammensetzung $[FeH_2O(C_{12}H_{27}N)_5]PW_{12}O_{40}$ geht beim Glühen in $Fe_2O_3 \cdot P_2O_5 \cdot 24WO_3$ über. Die Störung kann umgangen werden, wenn Fe^{III} durch einen Silberreduktor in 2 n Salzsäure reduziert wird.

[1] Analyst **84**, 440 (1959); vgl. diese Z. **176**, 443 (1960). — [2] Talanta (London) **5**, 128—130 (1960). Chem. Dep., King's Buildings, Univ. Edinburgh (Schottland). G. Denk

Fluorid. *Über den Nachweis von Fluoridionen mittels einer Tüpfelreaktion* berichtet H. Weisz[1]. Grundlage ist die Bildung von freiem Rhodizonat durch Fluorid in der schwach gelbgrün gefärbten Lösung von Eisen(III)-rhodizonat und Silbernitrat (Demaskierungsreaktion), das sich sogleich zu blauschwarzem Silberrhodizonat umsetzt. — Zur *Durchführung* wird 1 Tr. (= 0,05 ml) der neutralen oder schwach essigsauren Probelösung auf einer weißen Tüpfelplatte mit 1 Tr. frischer Reagenslösung, die keinen Überschuß an Rhodizonat oder Eisen enthalten darf (siehe unten), versetzt. Nach einigen Sekunden bis 1 min — je nach Fluoridkonzentration — entsteht ein blauschwarzer Niederschlag. 15 μg Fluorid ergeben noch eine deutliche Reaktion. Die Tüpfelprobe kann auch auf mit Reagenslösung imprägniertem Filterpapier ausgeführt werden, wobei 5 μg Fluorid noch nachweisbar sind. Die Störung durch Oxalat (gleichfalls Bildung von freiem Rhodizonat) kann man durch Bariumzugabe eliminieren. Sulfid und Calcium stören bzw. verhindern die Reaktion. In Gegenwart von silberfällenden Anionen wird soviel Silberlösung zugesetzt, daß genügend freie Ag-Ionen vorhanden sind. Chromat erschwert die Erkennung besonders von kleinen Fluoridmengen. Phosphat, Salicylat und Sulfosalicylat vermindern die Empfindlichkeit etwas, ohne jedoch zu stören. — *Reagenslösung.* 2 ml 1%ige Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung werden mit 2 ml 1%iger Silbernitratlösung und dann mit Natriumrhodizonatlösung bis zur Entstehung eines blauschwarzen Niederschlages versetzt. Man filtriert, gibt zum Filtrat 1 Tr. Essigsäure und füllt mit 1%iger Silbernitratlösung auf 10 ml auf.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 703—705. Coates Chem. Labs., Univ. Baton Rouge (USA). E. Bankmann

Die Titration von Fluoriden mit Fluorescenzindicatoren nach H. H. Willard und C. A. Horton[1] kann man nach Z. Kolařik[2] auch in *bis zu 0,2 m Sulfat*lösungen ausführen, wenn an Stelle der *Thorium*salzlösung[1] mit 0,07 m oder 0,014 m *Zirkonylchlorid*lösung gearbeitet wird. Man kann dann allerdings nur noch 0,002 m Fluoridlösungen genügend genau ($\pm 1\%$) titrieren, verliert also gegenüber der früheren Methode[1] an Empfindlichkeit. — *Ausführung.* Man versetzt die 2 bis 40 mg F enthaltende Probe mit 10—20 ml Pufferlösung (3 Teile 1 m Natronlauge + 2 Teile 2 m Monochloressigsäure), 10 Tr. 0,1%iger alkoholischer Morinlösung (auf 100 ml zu titrierender Lösung) und so viel Äthanol, daß dessen Konzentration

20% beträgt. Dann gibt man festes NaCl im Überschuß zu und titriert langsam mit 0,05—0,1 m Zirkonylchloridlösung im UV bis zur hellgrünen Fluorescenz. Der Faktor der Zirkonylchloridlösung muß durch Titration mit Standardfluoridlösung bestimmt werden, da der Verbrauch nicht genau den stöchiometrischen Verhältnissen entspricht. Fe^{3+}, Al^{3+}, Ca^{2+}, Phosphate, Oxalate und ÄDTA stören.

[1] Willard, H. H., u. C. A. Horton: Analyt. Chemistry **22**, 1190, 1194 (1950); vgl. diese Z. **133**, 287, 288 (1951). — [2] Collect. czechoslov. chem. Commun. **25**, 2228—2229 (1960). Masaryk-Univ., Brünn (ČSSR). Klaus Brodersen

Beim Nachweis von anorganischen und organischen jodhaltigen Verbindungen auf Papierchromatogrammen nach C. H. Bowden, W. F. MacLagan und J. H. Wilkinson[1] mit Hilfe der katalytischen Reduktion von Cer(IV) durch Arsen(III) in Gegenwart von Jodid nach I. M. Kolthoff und E. B. Sandell[2] entstehen weiße Flecken auf gelbem Untergrund. Schwierigkeiten bei der Methode bereitet das schnelle Ausbleichen der Chromatogramme. Diesen Nachteil vermeiden J. M. Calvo und L. Bascur[3] dadurch, daß sie das Chromatogramm sofort nach dem Entwickeln den Dämpfen einer 50%igen Phenollösung aussetzen und dann an der Luft trocknen. Die weißen Stellen der Jodverbindungen werden so fixiert und heben sich mit starkem Kontrast vom dunkelbraunen Untergrund ab. α- und β-Naphthole zeigen ein ähnliches Verhalten wie Phenol.

[1] Biochemic J. **59**, 93 (1955); vgl. diese Z. **149**, 236 (1956). — [2] J. Amer. chem. Soc. **56**, 1426 (1934). — [3] Nature (London) **188**, 141—142 (1960). Inst. Physiol. Chem., Univ. Santiago de Chile (Chile). E. Bankmann

Eine spektrophotometrische Methode zur Bestimmung von Technetium(VII) mit Thioglykolsäure haben F. J. Miller und P. F. Thomason[1] ausgearbeitet. — *Ausführung.* Die Probelösung mit 10—200 μg Tc^{VII} wird in einen 5 ml-Meßkolben gegeben, mit 1 ml 1 m Natriumacetatlösung und 1 ml 10%iger Thioglykolsäurelösung (mit Ammoniak auf p_H 8,0 $\pm$ 0,2 eingestellt) versetzt und 15 min im kochenden Wasserbad erhitzt. Nach dem Abkühlen wird mit Wasser zur Marke aufgefüllt. Der p_H-Wert soll um 8,0 $\pm$ 0,2 liegen. Die Messung der grünen Färbung erfolgt bei 655 nm (Absorptionsmaximum) in 10 mm Schichtdicke gegen einen Chemikalien-Blindansatz. Das Lambert-Beersche Gesetz ist von 2—40 μg Tc/ml erfüllt. Der molare Absorptionskoeffizient wird mit 1800 angegeben. Die Reaktion ist p_H-abhängig. Die erhaltene Färbung ist aber unter den angegebenen Bedingungen gut reproduzierbar und über 24 Std beständig. Folgende Anionen zeigen bei Anwesenheit im Verhältnis von 10:1 keinen Einfluß: Chloride, Fluoride, Bromide, Jodide, Phosphate, Sulfate, Wolframate und Rhenate, während Molybdate, Dichromate und Ruthenate stören. Die Beseitigung dieser Störungen und auch die von Kationen, welche mit dem Reagens ebenfalls Färbungen geben, kann nach bekannten Methoden, z. B. Hydrolysetrennung, Ionenaustausch, Chromatographie oder durch Extraktion vorgenommen werden[2]. Die Reproduzierbarkeit der Meßwerte von Modellösungen ist als gut zu bezeichnen.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1429—1430 (1960). Oak Ridge Nat. Lab., Tenn. (USA). — [2] Boyd, G. E.: J. chem. Educat. **36**, 3 (1959). H. Pohl

Eine spektralphotometrische Untersuchung über die Zusammensetzung und Stabilitätskonstanten von Eisen(II)-komplexen mit Pyridin- und Chinolincarbonsäuren führen A. K. Majumdar und S. P. Bag[1] durch. Bestimmt wurden die Komplexverbindungen mit *α-Picolinsäure*, *Chinaldinsäure* und *Chinolinsäure* allein und in Gegenwart von Kaliumcyanid. Nach dem Verfahren der kontinuierlichen Variation

(Methode nach Job) und der „Molar ratio"-Methode ergeben sich in allen Fällen in Natriumacetatpuffer 1:2-Komplexe, in Gegenwart von Cyanid 1:1-Verbindungen der Zusammensetzung $K_4[Fe(C_7H_3NO_4)(CN)_4]$ für Chinolinsäure, $K_3[Fe(C_6H_4NO_2)(CN)_4]$ für α-Picolinsäure und $K_3[Fe(C_{10}H_6NO_2)(CN)_4]$ für die Chinaldinsäure. Die Stabilitätskonstanten der 1:2-Komplexe betragen 10^8-10^9, die der 1:1-Komplexe mit Cyanid ungefähr 10^6. Die Untersuchungen sind von einem gewissen Interesse für photometrische Eisenbestimmungen in mittleren Konzentrationsbereichen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **22**, 549—553 (1960). Dep. Inorg. Anal. Chem., Jadavpur Univ., Calcutta (Indien). H. Specker

Zur Abtrennung und Bestimmung der Platinmetalle neben Nickel, Kupfer, Wismut und Zinn beschreibt S. T. Payne[1] die folgende Methode: Man schließt zunächst durch Schmelzen mit Natriumperoxid auf, destilliert *Osmium* und *Ruthenium* als Oxide ab und bestimmt beide gravimetrisch oder spektralphotometrisch. Die übrigen Platinmetalle werden in Nitritkomplexe übergeführt und mit Hilfe von Hydrolysereaktionen und einer Ionenaustauschersäule (Zeokarb 225) von anderen Metallen abgetrennt. Nach Zerstörung der Nitritkomplexe mit Perchlorsäure, bei der die im Original angegebenen Versuchsbedingungen genauestens eingehalten werden müssen (Explosionsgefahr!), werden die Platinmetalle *Platin, Palladium, Iridium* und *Rhodium* an einer Cellulosesäule in 2 Stufen chromatographisch getrennt und gravimetrisch oder spektralphotometrisch bestimmt.

[1] Analyst **85**, 698—714 (1960). Mond Nickel Co. Ltd., London (England). Klaus Brodersen

III. Analyse organischer Stoffe

2. Qualitative und quantitative Analyse

Über Nachweis und Bestimmung von Organozinnverbindungen berichtet K. Bürger[1]. *Mono- und Di-alkyl- oder Aryl-zinnverbindungen* bilden mit *Brenzcatechinviolett* in alkoholischer Lösung einen blauen Komplex, in den das Zinn als gemischt organisch-anorganisches Kation (R_2Sn^{2+} bei Dialkyl- oder Aryl-zinnsalzen, RSn^{3+} bei Monoverbindungen) eingeht. *Tri- und Tetra-alkyl-* oder *Aryl-zinnverbindungen* geben wegen der Ein- bzw. Nullwertigkeit des Zinns in diesen Verbindungen keinen Komplex. Versetzt man die blauen alkoholischen Brenzcatechinkomplexlösungen mit ÄDTA-Lösung, so wird der Komplex spontan zerstört und es erfolgt ein Umschlag der Farbe nach Gelb. — *Nachweis von Mono- und Di-verbindungen.* Man löst die Probesubstanz im Reagensglas in Methanol oder Aceton (gegebenenfalls unter Erwärmen), kühlt ab und gibt 3—5 Tr. 0,1%ige wäßrige Brenzcatechinviolettlösung zu. Blaufärbung zeigt die Anwesenheit von Zinn an. Dann fügt man tropfenweise 0,1 m ÄDTA-Lösung zu. Erfolgt ein Umschlag nach Gelb, so sind Mono- und Di-alkyl- oder Aryl-zinnverbindungen anwesend. Bei Vorliegen anorganischer Zinnsalze bleibt die Lösung blau. — *Bestimmung.* Man löst die Probe in 20 ml Methanol in der Kälte, gibt 4 Tr. 0,1%ige alkoholische Brenzcatechinviolettlösung zu und titriert mit 0,02 m ÄDTA-Lösung. Der Ablauf der Titration ist streng stöchiometrisch. — Die *Bestimmung von Phenyl-zinnverbindungen* (Mono-, Di-, Tri- und Tetra-) ist auf Grund der Tatsache möglich, daß mit starker Salzsäure und Zink die Phenyl-Sn-Bindung gelöst und Benzol in Freiheit gesetzt wird. Das Benzol wird mit dem entstehenden Wasserstoff in Nitriersäure geleitet, dort zu Dinitrobenzol nitriert und nach Extraktion mit Butanol nach W. Haucock und E. A. Laws[2] in alkalischem Medium zum violetten Nitronsäurefarbstoff umgesetzt. Der Acinitrofarbstoff ist unbeständig und ver-

blaßt bereits nach 15 min merklich. Die untere Erfassungsgrenze liegt bei 2 μg Benzol, der günstigste Meßbereich zwischen 5 und 20 μg Benzol. — Diese Methode wird vom Verf. für die *Bestimmung von Triphenylzinnacetat in Kunststoffen, pflanzlichen Materialien und Milch* angewendet. Bei der Rückstands- und Zerfallsbestimmung des Triphenylzinnacetats auf Pflanzenteilen geht eine Extraktion mit Chloroform voraus. Detaillierte Arbeitsvorschriften für die Bestimmung in diesen Materialien werden angegeben.

[1] Z. Lebensmitt.-Unters. u. -Forsch. **114**, 1—10 (1961). Anal. Lab., Farbwerke Hoechst A.G., Werk Gendorf, Obb. — [2] Analyst **81**, 37 (1956); vgl. diese Z. **154**, 211 (1957). MARGOT ZIMMERMANN

Zur Mikrobestimmung von Carbonylgruppen überführen V. A. KLIMOVA und K. C. ZABRODINA[1] die zu untersuchende Verbindung mit Hydroxylaminhydrochlorid in Gegenwart von Triäthanolamin ins Oxim und titrieren die überschüssige Base acidimetrisch oder potentiometrisch zurück. Die Methode eignet sich zur Bestimmung der Carbonylgruppen in Aldehyden, Aldosen, Ketonen, Ketosäuren, Ketosäureestern und auch in Diketonen und Chinonen, soweit sie Dioxime bilden. Die Gegenwart schwach dissoziierter organischer Säuren stört nicht. Für ungesätt. Verbindungen, die Hydroxylamin addieren, ist die Methode nicht anwendbar. — *Herstellung der Reagenslösung.* 0,7 g Hydroxylaminhydrochlorid löst man in 10 ml Wasser, gibt 0,5 g Triäthanolamin hinzu und füllt mit 96%igem Äthylalkohol auf 100 ml auf. *Bestimmung.* In einem 100 ml-Kolben mit Schliffstopfen läßt man aus einer Bürette 5 ml Reagenslösung zufließen und mischt danach mit der Substanzeinwaage (3—10 mg). Je nach Art der untersuchten Substanz läßt man den Kolbeninhalt 0,5—2 Std bei Zimmertemperatur stehen oder erwärmt 1—4 Std auf dem Wasserbad (70—75° C, Rückfluß). In gleicher Weise führt man einen Blindversuch durch. Nach dem Abkühlen setzt man 3 Tr. der Indicatorlösung (0,1%ige Lösung von Bromphenolblau in 20%igem Äthanol) zu und titriert in beiden Proben das unverbrauchte Triäthanolamin mit 0,02 n Salzsäure zurück, gewöhnlich bis zum Farbumschlag nach Gelbgrün, bei Ketosäuren oder bei Anwesenheit organischer Säuren bis zur citronengelben Färbung. Um den Farbton beider Proben vergleichen zu können, setzt man der Probe, welche die Substanz enthält, so viel dest. Wasser zu, wie der Unterschied im Salzsäureverbrauch im Vergleich zur Blindprobe ungefähr ausmacht und berücksichtigt den HCl-Verbrauch dieser Wassermenge bis zum Farbumschlag des Indicators als zusätzliche Korrektur. Der Äquivalenzpunkt ist genauer zu erkennen, wenn man außerdem vor der Titration beiden Proben 2 ml gesätt. NaCl-Lösung zusetzt. Bei gefärbten oder getrübten Proben empfiehlt sich die potentiometrische Bestimmung. Dabei titriert man zunächst mit Indicator bis zum Farbumschlag, dann überführt man die Lösung ins Potentiometergefäß und titriert mit Glas-Kalomelelektrode bis p_H 3,3. Auch in diesem Fall ist ein Blindversuch erforderlich. Die Genauigkeit beträgt $\pm 0{,}3\%$.

[1] Ž. anal. Chim. **15**, 726—730 (1960) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Zelinskij-Inst. f. org. Chem., Akad. Wiss., Moskau (UdSSR). H.-J. DREWITZ

Zur potentiometrischen Titration organischer Verbindungen in nichtwäßrigem Medium eignet sich nach Untersuchungen von A. P. KREŠKOV, L. N. BYKOVA und N. Š. ŠEMET[1] das *Methyläthylketon* besonders gut als Lösungsmittel. Die Versuche beziehen sich auf *aliphatische und aromatische, primäre, sekundäre und tertiäre Amine* sowie auf *quartäre Ammoniumverbindungen.* Titriert wird mit einer Lösung von Perchlorsäure in Methyläthylketon. Die Potentialsprünge sind beträchtlich größer als bei Titrationen in Dioxan oder Eisessig als Lösungsmittel. Dies ermöglicht die Analyse von Gemischen durch differentielle Titration. Als Beispiele werden angeführt die Titrationen der Gemische von *Tetraäthylammoniumhydroxid(I)-*

Piperidin, Piperidin-Acridin, I-Triäthylamin-Pyridin, I-Triäthylamin-m-Toluylendiamin, I-Triäthylamin-Pyridin-m-Toluylendiamin. Auf den Titrationskurven ergeben sich für die einzelnen Verbindungen scharf getrennte Potentialsprünge, für das Diamin zwei Potentialsprünge, der Neutralisation jeder Aminogruppe entsprechend. Der Potentialsprung des Pyridins fällt mit dem der ersten Aminogruppe des Diamins zusammen. Die Fehler der Einzelbestimmung liegen bei etwa $\pm 1\%$, die der Gemische bei etwa $\pm 2\%$. — Die 0,1 n Perchlorsäure wird hergestellt durch Lösen von 8,5 ml 72%iger Perchlorsäure in reinem trockenem Methyläthylketon zu 1 Liter und 5 min langes Sättigen der Lösung mit Stickstoff. Der Titer der mindestens einen Monat beständigen Lösung wird gegen Kaliumhydrogenphthalat eingestellt. Man löst 0,02—0,05 g Probe in 30 ml Methyläthylketon (gesättigt mit Stickstoff), titriert unter Verwendung von Glas- und Kalomelelektrode und rührt während der Titration magnetisch. Die Äquivalenzpunkte ergeben sich wie üblich als Wendepunkte auf der Titrationskurve.

[1] Dokl. Akad. Nauk SSSR **134**, 96—99 (1960) [Russisch]. Chem. technol. Mendeleev-Inst. Moskau (UdSSR). O. Gautsch

Hydroxyl-, Carbonyl- und primäre Aminogruppen können nach Untersuchungen von M. Pesez und J. Bartos[1] photometrisch in nichtwäßrigen Lösungsmitteln bestimmt werden. Grundlagen der Verfahren sind für primäre und sekundäre Alkohole die Esterbildung mit 3,5-Dinitrobenzoylchlorid, für Aldehyde und Ketone die Bildung von p-Nitrophenylhydrazonen mit p-Nitrophenylhydrazin in Gegenwart von Benzyltrimethylammoniumhydroxid und für primäre Amine die Reaktion mit 1-Fluor-2,4-dinitrobenzol. — Zur *Durchführung der Hydroxylbestimmung* löst man die Probe in gleichen Mengen Benzol und Pyridin, nimmt davon 0,1 ml, fügt 0,1 ml einer 5%igen Lösung von 3,5-Dinitrobenzoylchlorid in Benzol hinzu und wartet etwa 20 min. Dann werden 0,1 ml Pyridin und nach weiteren 5 min 5 ml einer 25%igen Lösung von Piperazinhexahydrat in Dimethylformamid zugegeben. Die Extinktion wird bei 510 nm gemessen. — Für die *Bestimmung der Carbonylgruppe* löst man die Probe in Äthanol, gibt zu 0,5 ml die gleiche Menge Reagenslösung (0,040 g p-Nitrophenylhydrazin in 100 ml absol. Alkohol, der 0,1 ml konz. Salzsäure enthält) und erhitzt das Gemisch 10—30 min auf 70° C. Nach dem Abkühlen fügt man 9 ml einer 0,4%igen Lösung von Benzyltrimethylammoniumhydroxid in Dimethylformamid hinzu. Rote Lösungen werden bei 510 nm, blauviolette bei 550—570 nm gemessen. — Zur *Bestimmung der primären Amine* wird die Probe in Dimethylformamid gelöst. Zu 1 ml dieser Ausgangslösung gibt man 0,5 ml einer 0,025%igen Lösung von 1-Fluor-2,4-dinitrobenzol in Dimethylformamid, wartet 10 min und fügt dann 4,5 ml der oben angegebenen Benzyltrimethylammoniumhydroxidlösung und 0,1 ml Wasser hinzu. Die Extinktion wird dann nach 10 min bei 495 nm gemessen. Unter diesen Bedingungen sind nach Angaben der Verff. die Reaktionen für die einzelnen funktionellen Gruppen streng selektiv. Bestimmungen von μg-Mengen sind nach diesen Methoden möglich.

[1] Talanta (London) **5**, 216—220 (1960). Centre de Recherches Roussel-Uclaf, Paris (Frankreich). H. Specker

Eine neue Tüpfelreaktion für aliphatische, aromatische und heterocyclische Aldehyde wird von E. Sawicki und T. W. Stanley[1] vorgeschlagen. Aldehyde reagieren mit 2-Hydrazinobenzthiazol zu Kondensationsprodukten, welche mit p-Nitrobenzoldiazoniumfluoborat in alkalischem Medium blaue bis grüne Farbstoffe mit Absorptionsmaxima bei 610—630 nm bilden. Von 70 geprüften Aldehyden gaben lediglich Chloral und Hexadecanal keine Färbung. — *Arbeitsweise auf der Tüpfelplatte.* 1 Tr. 2-Hydrazinobenzthiazollösung (1%ig in 1,3 m Salzsäure) wird mit 1 Tr. Probelösung (in Dimethylformamid oder Wasser) gemischt, nach

2 min 1 Tr. Aceton hinzugerührt. 1 min später gibt man 1 Tr. 1%ige wäßrige p-Nitrobenzoldiazoniumfluoboratlösung und nach 2 min je 1 Tr. 25%ige Tetraäthylammoniumhydroxidlösung und Aceton zu. Eine blaue bis grüne Farbe zeigt Aldehyd an. — Der Nachweis kann auch als *Tüpfeltest auf Filterpapier* ausgeführt werden. Zu 1 Tr. 2-Hydrazinobenzthiazollösung gibt man 0,001 ml Probelösung und nach 1—2 min 1 Tr. (0,03 ml) p-Nitrobenzoldiazoniumfluoboratlösung. Nach weiteren 1—2 min versetzt man mit 1 Tr. 10%iger Kalilauge, wobei Aldehyde einen blauen oder grünen Flecken, der von einem roten Flecken umgeben ist, hervorrufen. Blindwertbestimmungen zeigen nur den roten Flecken, der innerhalb von 2 min nach braungelb umschlägt. — Die Erfassungsgrenzen liegen je nach Ausführungsart und Art des Aldehyds zwischen 0,1 und 5 μg. — Die beschriebene Reaktion läßt sich auch zur *quantitativen colorimetrischen Bestimmung von Aldehyden* heranziehen. In einem 50 ml-Meßkolben werden 5 ml Probelösung (in Dimethylformamid oder Wasser) mit 2 ml 0,25%iger 2-Hydrazinobenzthiazollösung (in 1,3 m Salzsäure) gemischt und nach 20 min mit 5 ml Dimethylformamid, wenn Wasser zum Lösen der Probe verwendet wurde, sonst mit 5 ml Wasser versetzt. Danach gibt man 0,5 ml Aceton, nach 5 min 5 ml 0,1%ige p-Nitrobenzoldiazoniumfluoboratlösung und nach weiteren 3 min 10 ml 10%ige wäßrige Tetraäthylammoniumhydroxidlösung zu. Die Lösung wird mit Dimethylformamid aufgefüllt und beim Absorptionsmaximum (zwischen 610 und 630 nm) photometriert. Formaldehyd, Acetaldehyd, Acrolein und Benzaldehyd ergaben Fehler von $> 10\%$, bei anderen Aldehyden wurden noch schlechtere Ergebnisse gefunden. Die Methode ist daher nur zur angenäherten Bestimmung von Aldehyden geeignet.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 510—517. R. A. Taft Sanitary Engng. Center, Publ. Health Service, U.S. Dept. Health, Educat., Welfare, Cincinnati 26, Ohio (USA). H. Garschagen

Thioäthanolamin und das entsprechende Disulfid lassen sich polarographisch nebeneinander bestimmen, wenn nach E. C. Chevalier und W. C. Purdy[1] in Clark-Lubbs-Pufferlösung vom p_H-Wert 7,4, Ionenstärke 0,2, gearbeitet wird. Bei 25 $\pm$ 0,2° C und Zusatz einiger Tropfen 0,2%iger Gelatinelösung liefert Thioäthanolamin eine gut auswertbare Stufe bei $E_{1/2} = -0{,}420$ V gegen die gesätt. Kalomelelektrode, das Disulfid bei $E_{1/2} = -0{,}620$ V. Die Stufenhöhen wachsen linear mit der Konzentration für $2 \cdot 10^{-5}$ bis 10^{-2} m Lösungen der Thioverbindung und für $7{,}5 \cdot 10^{-6}$ bis $7{,}5 \cdot 10^{-3}$ m Lösungen des Disulfids. Der Fehler der Analyse liegt bei 2%. Disulfid kann auch neben einem 100fachen Thioäthanolaminüberschuß bestimmt werden. Wesentlich ist die Fernhaltung von Luftsauerstoff, weshalb die Pufferlösung noch vor Zugabe der Probe 15 min mit Stickstoff durchperlt und stets unter Stickstoff gearbeitet werden muß.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 574—576 (1960). Univ. of Maryland, College Park, Md. (USA). K. Cruse

Zur jodometrischen Bestimmung von N-Methylthiocarbamiden eignet sich nach P. C. Gupta[1] die von ihm in einer früheren Arbeit[2] für Thiocarbamide beschriebene Methode. Im schwach alkalischen Medium (Natriumhydrogencarbonat) erfolgt durch überschüssige Jodlösung eine quantitative Oxydation zu den entsprechenden Carbamiden und Sulfat; überschüssiges Jod wird mit arseniger Säure zurücktitriert. N-Methyl-, N,N-Dimethyl-, N,N′-Dimethyl-, N,N,N′-Trimethyl- und N,N,N′,N′-Tetramethylthiocarbamid können auf diese Weise quantitativ bestimmt werden.

[1] J. Indian. chem. Soc. **37**, 629—633 (1960). Chem. Dep., College Sci., Banaras Hindu Univ. (Indien). — [2] J. Indian chem. Soc. **37**, 213 (1960); vgl. diese Z. **180**, 459 (1961). H. Garschagen

Zur polarographischen Analyse von organischen Peroxiden haben E. J. Kuta und F. W. Quackenbush[1] Untersuchungen an 23 Peroxiden (*Hydroperoxide, Peroxysäuren, Peroxyester, bicyclische 6-Ringperoxide, Diacylperoxide* und *Ketoperoxide*) ausgeführt und festgestellt, daß sie mit nur zwei Ausnahmen im Bereich von 0 bis $-2{,}0$ V reduzierbar sind. — *Vorschrift.* 5 ml Methanol-Benzolgemisch (1:1) mit einem Gehalt von 0,3 m an Lithiumchlorid werden mit der Peroxidprobe (10^{-3} m) mit Stickstoff behandelt (10 min); es wird das Quecksilber (1 ml als Bodenanode von 6,6 cm^2 Oberfläche) zugesetzt, weitere 2 min mit Stickstoff durchperlt und nach Eintauchen der Tropfelektrode ($t = 3{,}8$ sec, $m = 1{,}85$ mg/sec) bei 30° C und 0,154 V/min Spannungsänderung polarographiert. Bei Analyse von Hydroperoxiden, Alkylperoxiden und Transannular- sowie Keto-Peroxiden werden 0,01%, bei Analyse von Peroxysäuren, Diaroylperoxiden und Diacylsäureperoxiden 0,30% Äthylcellulose, bei der letzten Gruppe außerdem 0,015% Methylenblau und bei Analyse aliphatischer Diacylperoxide 0,30% Äthylcellulose und 0,002% Methylenblau zugesetzt, um Maxima zu unterdrücken. Das polarographische Verhalten der Substanzen, der Einfluß des Äthylcellulosezusatzes und eines Lösungsmittelwechsels werden ausführlich erörtert. Entsprechend den beobachteten Halbstufenpotentialen werden die Peroxide in 5 Gruppen eingeteilt. Die Stufenhöhen wachsen linear mit dem Gehalt, Ausnahmen sind Peroxyessig- und Peroxybenzoesäure.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1069—1072 (1960). Dept. Biochem., Purdue Univ. Lafayette, Ind. (USA). K. Cruse

Zur Bestimmung von Verunreinigungen in Vinylacetat hat S. Usami[1] die *Polarographie in Dimethylformamid* und in Dimethylformamid-Wasser mit Tetrabutylammoniumjodid (0,05 m) als Leitsalz verwendet. An der Quecksilbertropfelektrode ($m^{2/3}\,t^{1/6} = 1{,}190$ $mg^{2/3}sec^{-1/2}$ bei $20 \pm 0{,}1°$ C) liefert Divinylacetylen in Dimethylformamid eine Doppelstufe bei $-1{,}74$ und $-2{,}22$ V gegen die gesätt. Kalomelelektrode, Crotonaldehyd eine Einzelstufe bei $-1{,}48$ V, Acrolein eine solche bei $-1{,}29$ V. Gesättigte Aldehyde (Acetat-, n-Butyl- und Propionaldehyd) sind an der Stufe bei $-2{,}25$ V erkennbar. Auch in Dimethylformamid mit 75% Vinylacetat sind die erste Divinylacetylenstufe und die Crotonaldehydstufe gut ausgebildet. Bei Gegenwart von Wasser tritt eine Reduktionsstufe für gesätt. Aldehyde bei $-1{,}9$ V mit hohem Diffusionsstrom auf. Sie ist in Dimethylformamid durch Vinylacetat verdeckt. In Dimethylformamid ist die Stufenhöhe für Divinylacetylen bei $-1{,}74$ V bei Gehalten von $0{,}2—1{,}0 \cdot 10^{-3}$ m der Konzentration linear proportional, ebenso für Acetaldehyd (bei 15° C) in sämtlichen Mischungsverhältnissen mit Wasser. Hier werden mit steigendem Wassergehalt höhere Diffusionsströme festgestellt. Auch für Lösungen von *Crotonaldehyd, n-Butyraldehyd* und *Propionaldehyd* in Dimethylformamid sind die Diffusionsstromkonstanten im gleichen Konzentrationsbereich sehr gut konstant.

[1] Jap. Analyst **9**, 216—220 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Toyama Plant, Kurashiki Rayon Co., Ltd. (Japan). K. Cruse

Zum katalytischen Tüpfelnachweis von Äther verwenden F. Feigl, J. R. Amaral und D. Haguenauer-Castro[1] folgendes Prinzip: Beim schnellen Verdampfen von Äther in einem Mikroproberöhrchen hinterbleiben Ätherdämpfe, die bei 200° C und Kontakt mit Luft ein Peroxid bilden. Wenn diese Autoxydation, die durch Farbreaktionen mit geeigneten Reagenspapieren nachweisbar ist, an einem mit Kupferacetat/Benzidinacetat imprägnierten Filterpapier erfolgt, so wird dieses intensiv blau. Es handelt sich hierbei um eine durch Ätherperoxid eingeleitete katalytische Beschleunigung der Oxydation des Benzidins zu seinem merichinoiden

Oxydationsprodukt. Diese Katalyse kommt durch Eintritt und dauernde Wiederholung plausibler Teilreaktionen zustande. — *Arbeitsweise.* In eine Mikroeprouvette wird ein Makro- oder Mikrotropfen Äther gebracht, auf das offene Ende ein Scheibchen mit dem Reagens (frisch bereitete Mischung gleicher Teile gesättigter wäßriger Lösungen von Kupferacetat und Benzidinchlorid) befeuchtetes Filterpapier gelegt und die Eprouvette möglichst tief in ein auf 200° C erwärmtes Glycerinbad getaucht. Nach etwa 1 min entsteht eine Blaufärbung, die sich vertieft. — Im Gemisch mit Chloroform sind 40 μg Äther nachweisbar. Im Gemisch mit Benzol, Toluol, Schwefelkohlenstoff oder Petroläther versagt der Nachweis; er gelingt jedoch nach Zusatz kleiner Mengen Chloroform oder Tetrachlorkohlenstoff zu solchen Gemischen, was wahrscheinlich auf eine durch Ätherperoxid bewirkte Chlorabspaltung zurückzuführen ist.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 821—826. Lab. Produção Mineral, Ministerio da Agricultura, Rio de Janeiro (Brasilien). H. Garschagen

Zur Bestimmung von Phenylquecksilberacetat fällen Y. Nagase, S. Baba und M. Suzuki[1] das schwerlösliche Jodid der Verbindung durch Zusatz einer abgemessenen Menge ^{131}J enthaltender 0,05%iger KJ-Lösung aus und messen die spezifische Aktivität der überstehenden Lösung mit einem Scintillationszähler. Zwischen 0,25 und 2,0 mg Phenylquecksilberacetat können auf diese Weise mit einer Standardabweichung von weniger als 0,025 mg bestimmt werden; Anwesenheit von Chloridionen in der Untersuchungslösung führt zu Minusfehlern.

[1] J. pharmac. Soc. Japan **80**, 1482—1483 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Tokyo Coll. Pharmac. (Japan). K. H. Neeb

Chloroform verschiedenen Reinheitsgrades (p. A., zur Narkose und technisch) untersucht E. Gloesener[1] gaschromatographisch auf Verunreinigungen. Als Trennflüssigkeiten haben sich am besten bewährt Diäthylhexylsebacat-Sebacinsäure (75:25) und Transformatoröl-Sebacinsäure (75:25) (Apparatur: Perkin Elmer, Mod. 154 B, Kolonnenlänge 4 m, Trenntemperatur 80° C, Trägergas 40 ml H_2/min). Folgende Verunreinigungen wurden gefunden: *Äthylalkohol, Phosgen, Methylchlorid, Methylenchlorid, Tetrachlorkohlenstoff, cis-* und *trans-1,2-Dichloräthylen, Trichloräthylen, Äthylchlorid, 1,1-* und *1,2-Dichloräthan.*

[1] J. Pharmac. Belgique, N.S., **15**, 297—308 (1960). Univ. de Liège (Belgien). E. Bayer

Die papierchromatographische Trennung von unverzweigten gesättigten, ungesättigten und hydroxylierten Fettsäuren gelingt nach V. P. Skipski, S. M. Arfin und M. M. Rapport[1] durch „reversed phase"-Chromatographie, wenn drei verschiedene Arbeitsbedingungen miteinander kombiniert werden. — Zur *Auftrennung der gesätt. Säuren* C_{14}—C_{24} wird bei 35—40° C auf mit 12—20% Paraffin imprägniertem Whatman-Papier Nr. 1 und mit 90—95%iger Essigsäure als Fließmittel chromatographiert. Sichtbar gemacht werden die Flecken mit Hilfe einer Modifikation der von E. K. Alimova und G. D. Bolgova[2] angegebenen Methode durch Überführen in die Wismutseifen und Umsetzung zu braungefärbtem Wismutsulfid. Kritische Paare (z. B. Ölsäure + Palmitinsäure) werden unter diesen Bedingungen nicht getrennt, 2-Hydroxyfettsäuren wandern nahe der Lösungsmittelfront und können nicht von niederen Fettsäuren unterschieden werden. Ungesättigte Säuren können auch durch Besprühen mit Jod-Stärkelösung nach M. M. Rapport, L. Graf, N. Alonzo und V. P. Skipski[3] erkannt werden. — Zur *Bestimmung von gesätt. und ungesätt. Säuren* nebeneinander wird ein zweites Chromatogramm bei 35—40° C mit Eisessig-Perhydrol (9:1, mit Paraffin gesättigt) aufgenommen. Unter diesen Bedingungen laufen die gesätt. Säuren wie mit 90—95%iger Essigsäure,

während die ungesätt. Säuren oxydiert werden und nicht mehr als Wismutsalze nachweisbar sind. Durch Vergleich der Fleckengröße der beiden vorhergehenden Chromatogramme sind bei kritischen Paaren quantitative Aussagen möglich. — Zur *Bestimmung der hydroxylierten Fettsäuren* ist 60—75%ige paraffingesätt. Essigsäure bei 40° C als Fließmittel geeignet. Die gesätt. Fettsäuren haben unter diesen Bedingungen wesentlich kleinere R_f-Werte. — Genaue Arbeitsvorschriften werden in dem mit 42 Literaturzitaten versehenen Original angegeben.

[1] Arch. Biochem. Biophysics **87**, 259—265 (1960). Div. Exp. Pathology, The Sloan-Kettering Inst. Cancer Res. a. Dep. Biochem., Albert Einstein College Med., Yeshiva Univ., New York (USA). — [2] Biochimija **22**, 568 (1957). — [3] Cancer **11**, 1125 (1958). H. Garschagen

Eine Methode zur quantitativen Bestimmung von α-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure neben verschiedenen anderen Chlormethylphenoxy-propionsäuren wie *6-Chlor-2-methyl-*, *4,6-Dichlor-2-methyl-* und *3-Methylphenoxypropionsäure* beschreiben H. G. Higson und D. Butler[1]. Das Verfahren umfaßt die Überführung der mit Chloroform aus den zu untersuchenden Proben extrahierten Säuren in ihre Butylester, Zufügung von Dimethylphthalat als Bezugssubstanz und Analyse des in n-Butanol aufgenommenen Gemisches mittels Gas-Flüssigkeits-Chromatographie. Die verwendete Apparatur wird im einzelnen beschrieben. An wesentlichen Daten sei hervorgehoben: Säulenlänge 3 m; Säulenfüllung 25% Polypropylensebacat auf Celite 545; Säulentemperatur 230° C; Trägergas Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch (75:25). Zur Herstellung der verwendeten Standardlösungen wurden 3,0—3,5 g Dimethylphthalat eingewogen, dann 2,8—3,0 g eines Butyl-α-(4-chlor-2-methyl-phenoxy)-propionats zugefügt und mit etwa 3,5 g n-Butanol vermischt. Die quantitative Bestimmung erfolgte nach der Verhältnismethode und nach der Markierungsmethode mit Dimethylphthalat als innerem Standard. Die letzte Methode lieferte bessere Werte.

[1] Analyst **85**, 657—663 (1960). Res. Dept., Lankro Chemicals Ltd., Salters Lane, Eccles, Manchester (England). E. Bayer

Die Titration sehr schwacher Basen (Harnstoff, Coffein, Theobromin, Thioharnstoff) in wasserfreier Essigsäure mit Perchlorsäure haben A. M. Škodin und L. I. Karkuzaki[1] untersucht. Die Titration wird potentiometrisch unter Verwendung einer Antimonelektrode durchgeführt. Untersuchungen des Einflusses von Essigsäureanhydridzusätzen auf die Größe des Potentialsprungs zeigen, daß die günstigsten Verhältnisse bei Anhydridkonzentrationen von etwa 20% und von 80—100% erhalten werden, während schon die Anwesenheit von kleinen Mengen Wasser die Titration unmöglich macht.

[1] Ž. anal. Chim. **15**, 676—680 (1960) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Charkov (UdSSR). O. Gautsch

Bestimmung von Hydroxysäuren durch photochemische Reaktion mit Cer(IV). N. K. Mathur und S. P. Rao[1] haben festgestellt, daß die Oxydation von 1,2-Hydroxyverbindungen mit Cer(IV) in schwefelsaurer Lösung im Sonnenlicht oder im künstlichen Licht von 575 nm wesentlich schneller verläuft als beim Kochen am Rückfluß. Ein quantitativer Umsatz zu den entsprechenden Fettsäuren, Kohlendioxid und Wasser findet hier schon in 15—30 min statt, während sonst 1—3 Std benötigt werden. Diese Reaktion ist deshalb geeignet zur schnellen Bestimmung von Hydroxysäuren wie *Glykolsäure*, *Milchsäure*, *Äpfelsäure*, *Weinsäure*, *Citronensäure* und *Mandelsäure*, auch — und das ist der besondere Vorteil dieser Methode — in Mikromengen. Die Säuren werden in 2—4 n schwefelsaurer Lösung mit Cer(IV)-

lösung im Überschuß versetzt und in einer geschlossenen Glasküvette in einer dunklen Kammer einem monochromatischen Lichtstrom ausgesetzt, der mit einem Kodakfilter in einem Hilger-Spekker-Absorptiometer erzeugt wird. Der Überschuß an Cer(IV) wird später mit Fe^{II}-Lösung gegen Ferroin als Indicator zurücktitriert. Ein entsprechendes Verfahren für Polyhydroxyverbindungen wird noch ausgearbeitet.

[1] Current Sci. **29**, 92 (1960). Dep. Physical. Chem., Jaswant College, Jodhpur (Indien). MARGOT ZIMMERMANN

Zu Titrationen von Dichloressigsäure, β-Naphthylaminhydrochlorid und Ammoniumjodid in Dimethylformamid mit Lösungen der Alkalimethoxide im Benzol-Methanolgemisch (9:1) haben S. F. TING, W. S. JEFFERY und E. L. GROVE[1] das Oscillometer V verwendet und mit Hilfe dieser Hochfrequenztitrationen (5 MHz) nur bei *Verwendung von Lithiummethylat* schlecht auswertbare Äquivalenzpunkte beobachtet, die sich aber verbessern lassen, wenn das Lithiummethylat, in reinem Methanol gelöst, verwendet wird. *Rubidium-* und *Caesiummethylat* sind noch stärkere Basen, doch rechtfertigt der geringe Stärkeunterschied deren bevorzugte Verwendung nicht. Titriert werden 10^{-4} Äquivalent Säure in 170 ml mit 0,01 n Lösungen der Basen. Es muß unter Stickstoff titriert werden, da ein Feuchtigkeitszutritt ebenso wie ein Wassergehalt von 0,2% starke Abhängigkeiten der Resonanzanzeige von der Zeit nach sich zieht. Dieser Einfluß wird auf Verseifung zurückgeführt, da sich dann gaschromatographisch Dimethylamid und Methylformiat nachweisen lassen.

[1] Talanta (London) **3**, 240—248 (1960). Univ. of Alabama (USA). K. CRUSE

Quantitative Bestimmung der Beimengungen des Adipinsäuredinitrils. A. A. KALUGIN, E. M. PEREPLETČIKOVA, E. N. ZILBERMAN, JU. V. VODZINSKIJ und A. E. KULIKOVA[1] bestimmen Beimengungen des Adipinsäuredinitrils, und zwar 1-Imin-2-cyancyclopentan acidimetrisch und 2-Cyancyclopentanon-1 und Cyclopentanon polarographisch. Es sind dies die Hauptverunreinigungen in den Zwischenprodukten der Polyamidharzerzeugung. — *Ausführung. Zur Bestimmung von 1-Imin-2-cyancyclopentan* gibt man die Einwaage (etwa 10 g Adipinsäuredinitril) in einen 100 ml-Kolben und setzt 15 ml Isopropylalkohol und 20—25 ml Wasser zu. Nach Zugabe von 5 ml 0,005 n Salzsäure schüttelt man gut um und titriert den Säureüberschuß mit 0,005 n Natronlauge gegen Bromthymolblau zurück. *Zur Bestimmung von 2-Cyancyclopentanon und Cyclopentanon* bringt man 10 ml Adipinsäuredinitril in einen 25 ml-Meßkolben. Man fügt 5 ml 0,5 m wäßrige Lösung von Tetraäthylammoniumjodid und 7 ml Isopropylalkohol als Grundlösung hinzu, schüttelt, füllt mit Wasser auf und läßt 15 min Inertgas hindurchperlen. Die Polarographie wird mit einer langsam tropfenden Capillare durchgeführt. Anode ist das Bodenquecksilber. Die Grenzkonzentrationen, bei denen eine Bestimmung noch möglich ist, betragen 0,001% für 1-Imin-2-cyancyclopentan, 0,008% für 2-Cyancyclopentanon und 0,01% für Cyclopentanon. Das Verhältnis zwischen Cyancyclopentanon und Cyclopentanon soll nicht größer als 1:2 sein. Der Überschuß an Cyclopentanon dagegen ist beliebig. Eine Bestimmung dauert nicht länger als 40 min. Die Konzentration bestimmt man aus Eichkurven. Die Genauigkeit ist bezogen auf die Einwaage etwa 0,002%.

[1] Ž. anal. Chim. **15**, 739—741 (1960) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.)
H.-J. DREWITZ

Nitroglycerin (NG) und Dinitroglykol (DNG) lassen sich nach J. S. HETMAN[1] simultan mit dem Kathodenstrahlpolarographen analysieren, da NG in KCl-NH_4Cl-Grundlösung drei Reduktionsstufen liefert[2], von denen die erste mit den zwei

Reduktionsstufen von DNG nicht zusammenfällt, und da der Kathodenstrahlpolarograph ein ausreichendes Auflösungsvermögen liefert. — *Vorschrift.* 0,5 g des in der Regel an NH_4NO_3 (30—70%) und NaCl (10—40%) reichen Sprengstoffs werden mit 25 ml Methanol geschüttelt und mit Wasser auf 50 ml aufgefüllt. 1 ml der Lösung wird mit Grundlösung (10 ml 1 n KCl-Lösung, 50 ml 2 n NH_4Cl-Lösung und 40 ml Wasser, p_H 6) auf 10 ml aufgefüllt. 5 ml dieser Lösung werden nach Begasen mit Stickstoff (5 min) polarographiert. Ausgewertet werden die erste NG-Stufe und beide DNG-Stufen durch Vergleich mit folgender Vergleichsanalyse: 0,30 g NH_4NO_3 und 0,14 g NaCl werden mit 25 ml NG-Standardlösung (2 mg/ml) und 6,25 ml DNG-Standardlösung (2 mg/ml) mit Wasser auf 50 ml aufgefüllt; 1 ml dieser Mischung (10% NG, 2,5% DNG, bezogen auf die gelöste Substanz) wird mit Grundlösung auf 10 ml aufgefüllt und polarographiert. — Die DNG-Spitzen liegen bei —0,44 und —0,62 V gegen die Quecksilberbodenanode, die erste NG-Spitze bei $<$ —0,27 V. — Die Reduktionsreaktionen werden ausführlich diskutiert.

[1] Talanta (London) **5**, 267—271 (1960). Southern Instr. Ltd., Camberley, Surrey (England). — [2] Hetman, J. S.: Internat. Congress of Polarography 1959.

K. Cruse

Die Methylglykoside von Tri-O-methylpentosen und Tetra-O-methylhexosen trennt H. W. Kircher[1] durch Gas-Flüssigkeits-Chromatographie. Hierzu eignen sich vornehmlich Säulen aus gewissen methylierten Polysacchariden. Mit einer Säule aus methylierter Hydroxyäthylcellulose [Cellosize WP-09 Union Carbide Chemicals Co., nach den üblichen Methoden methyliert und mit Chromosorb (35/80 mesh) im Verhältnis von 3 bis 7 vermischt] trennt Verf. eine *Mischung von vollmethylierten Methyl-α- und β-Pyranosiden der D-Arabinose, D-Xylose, D-Glucose, D-Mannose* und *D-Galaktose* in acht scharfe peaks auf. Auch die *Methylglykoside der Di-* und *Tri-O-methylhexosen* gehen durch die Säule. An den Beispielen *Stärke, Guar-Gummi* und *Dextran* wird die Anwendbarkeit dieser Methode für Strukturstudien an Polysacchariden demonstriert. Es zeigt sich, daß die Trennbarkeit offenbar weniger vom Molekulargewicht als von der Struktur abhängt. Als Gaschromatographen benutzt Verf. ein Aerograph A-100-C-Gerät der Wilkins Instrument and Res. Inc., Walnut Creek, Calif., unter Verwendung von Helium als Trägergas und bei einer Temperatur von 190—220° C. Die Proben werden zur Einspritzung in die Säule in Methanol gelöst. Als Standardproben dienen mittels Methyljodid und Silberoxid in Dimethylformamid methylierte und anschließend destillierte Glykoside.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1103—1106 (1960). Dep. Agric. Biochem., College of Agric., Univ. Arizona, Tucson, Ariz. (USA).

R. Fresenius

2,3-O-Isopropyliden-L-Sorbofuranose (MIPSF) und 2,3; 4,6-Di-O-Isopropyliden-L-Sorbofuranose (DIPSF), die bei der Synthese von Ascorbinsäure als Zwischenprodukte auftreten, trennen M. Sterescu, S. Arizan und S. Popa[1] papierchromatographisch und bestimmen sie dann photometrisch. — *Ausführung.* Zur papierchromatographischen Trennung trägt man 20 μg der 2%igen Standardlösungen von MIPSF bzw. DIPSF und 3mal je 20 μg jeder Probe auf Whatman-Papier Nr. 4 auf, chromatographiert 4 Std absteigend mit n-Butanol-Äthanol-Wasser (4:1:5), zerschneidet dann in Streifen und besprüht mit alkoholischer Chlorwasserstofflösung. Nach dem Trocknen (5 min bei 90° C) erscheinen MIPSF und DIPSF als braungrüne Flecken. — *Photometrische Bestimmung von DIPSF.* Zur Aufstellung der Eichkurve pipettiert man in 4 Meßkolben zu 50 ml 1,5 ml, 3 ml, 4,5 ml und 6 ml wäßriger Acetonlösung (1 ml = 7—10 μg Aceton), füllt mit Wasser auf 6 ml auf und versetzt mit 2 ml 42%iger NaOH-Lösung und 17 ml

Wasser. Dann gibt man aus einer Mikrobürette in jeden Kolben 0,6 ml Salicylaldehyd zu und nach dem Durchschütteln noch 20 ml der Natronlauge. Man füllt mit Wasser zur Marke auf und mißt die Extinktion bei 470 nm (Filter S 47) in 1 cm-Küvetten gegen die Blindlösung ohne Aceton. Die Kurve verläuft linear. — Zur Bestimmung von DIPSF schneidet man aus dem Chromatogramm das dem getrennten Gemisch von DIPSF und MIPSF entsprechende Stück heraus und schüttelt mit 20 ml Wasser. 1—5 ml dieser Lösung werden mit 5 ml 2 n Salzsäure gemischt; nach 5 min gibt man 5 ml 2 n NaOH-Lösung und 2 ml 42,5%ige NaOH-Lösung zu, ergänzt mit Wasser auf 25 ml und verfährt weiter wie bei der Aufstellung der Eichkurve. — *Photometrische Bestimmung von MIPSF* (Aufstellung der Eichkurve). In 3 Probiergläser werden 0,2 ml, 0,4 ml und 0,6 ml der Vergleichslösung (10 mg MIPSF in 100 ml Wasser) pipettiert und mit Äthanol auf 1 ml gebracht. Dann werden 3 ml Diphenylaminlösung (1 g Diphenylamin in 60 ml Äthanol gelöst und mit 40 ml konz. Salzsäure versetzt) zugefügt und das Gemisch 15 min auf dem siedenden Wasserbade erwärmt. Nach dem Abkühlen wird das Volumen mit Äthanol auf 6 ml ergänzt. Die Extinktion wird in 1 cm-Küvetten bei 610 nm (Filter S 61) gegen eine Blindlösung ohne MIPSF gemessen. Zur Bestimmung von MIPSF wird aus dem Chromatogramm das dem Gemisch von MIPSF und DIPSF entsprechende Stück ausgeschnitten und mit 50 ml Wasser 15 min durchgeschüttelt. Die Farbreaktion wird mit 0,2—1,0 ml Lösung ebenso wie bei der Aufstellung der Eichkurve durchgeführt.

[1] Československ. Farmac. **9**, 398—401 (1960) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Chem.-pharmaz. Inst. Bukarest (Rumänien). Z. Stejskal

Zur direkten volumetrischen Bestimmung von Zuckern empfehlen A. V. Ablov und D. G. Batyr[1] eine alkalische Lösung des Kupfer-Trihydroxyglutarsäurekomplexes als Reagens. Gegenüber Fehling'scher Lösung zeigt diese Methode den großen Vorteil, daß unabhängig von der Verdünnung eine strenge Proportionalität zwischen der Zuckermenge und dem Verbrauch an Kupferlösung besteht. Das Verfahren eignet sich zur *Zuckerbestimmung in Früchten, Wein, Fruchtsäften, Konditoreierzeugnissen, Pentosen und Hexosen in Hydrolysaten* usw. — *Reagentien. Lösung 1.* Genau 10 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ werden unter Zusatz von 0,04 g Methylenblau in Wasser zu 1 Liter gelöst. *Lösung 2.* 32 g Trihydroxyglutarsäure, 90 g NaOH und 4 g $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ werden mit Wasser zu 1 Liter aufgefüllt und notfalls filtriert. (Durch Vermischen gleicher Volumina beider Lösungen wird die eigentliche Reagenslösung erhalten.) — Die Titrationen werden in dem in Abb. 1 gezeigten Gerät durchgeführt. In Gefäß *1* werden genau je 5 ml der Lösungen 1 und 2 gegeben, während in Gefäß *2* gleichzeitig 200 bis 300 ml Wasser zum Sieden erhitzt werden. Der entstehende Wasserdampf tritt dann durch das Einleitungsrohr in Gefäß *1* ein und führt zu gleichmäßigem Sieden der Reagenslösung. (Die Klemme *4* dient zur Regulierung der Dampfgeschwindigkeit.) In die siedende Reagenslösung läßt man die Probelösung aus der Bürette zunächst rasch (3—4 Tr./5 sec) bis zur Violettfärbung, dann langsam

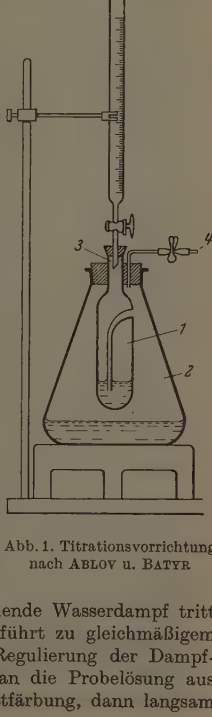

Abb. 1. Titrationsvorrichtung nach Ablov u. Batyr

(1 Tr./5sec) eintropfen, bis die Farbe von Violett nach Gelb umschlägt. Die nach dieser Methode erhaltenen Analysenwerte zeigen einen mittleren quadratischen Fehler von weniger als 1%.

[1] Ž. anal. Chim. **15**, 734—738 (1960) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Chem. Inst. Moldauer Zweigstelle Akad. Wiss., Kischinev (UdSSR). H. WUNDERLICH

Bei der Papierchromatographie von Zuckern erhalten R. W. BAILEY und E. J. BOURNE[1] spezifische Farbreaktionen mit Diphenylamin-Anilin-Sprühreagens und Wärmebehandlung von 4 bzw. 5 min bei 60° bzw. 80° C. Die Mengen der aufgetragenen Zucker sollen zweckmäßig zwischen 30 und 60 μg liegen. Bei manchen Zuckern ergibt sich schon bei Anwesenheit von 10—15 μg eine spezifische Farbreaktion. Für die Endbestimmung dienten Mengen zwischen 50 und 60 μg. Chromatographiert wird absteigend mit Essigester-Pyridin-Wasser (2:1:2) und Butanol-1-Äthanol-Wasser (40:11:19). Uronsäuren werden mit Essigester-Essigsäure-Ameisensäure-Wasser (9:1,5:0,5:2) getrennt. Als Sprühreagentien dienen *a) Gemischtes Diphenylamin-Anilin-Reagens*: 4 g Diphenylamin, 4 ml Anilin und 20 ml 80%ige Orthophosphorsäure in 200 ml Aceton. *b) Getrennte Reagentien.* Es werden zwei Lösungen hergestellt. Lösung 1: 4 g Diphenylamin, 20 ml Orthophosphorsäure und 200 ml Aceton; Lösung 2: 4 ml Anilin, 20 ml Phosphorsäure und 200 ml Aceton. Bei Verwendung dieser Lösungen wird das Papier zuerst mit der einen Lösung besprüht, dann getrocknet, erhitzt und mit der zweiten Lösung besprüht, getrocknet und erhitzt. Alle Sprühreagentien sind bei 0° C 2—3 Wochen haltbar. Es werden folgende *Farbreaktionen* angegeben: a) Mit gemischtem Reagens (Erhitzung auf 80° C): *Aldoheptosen* hell purpurblau; *Uronsäuren* hell rotbraun; *Methylpentosen* orange; *1,4-verknüpfte reduzierende Aldohexose-Oligosaccharide* hellblau; *Leucrose* (5-o-α-d-Glucopyranosido-d-fructopyranose) blaugrün. b) Mit gemischtem Reagens (hier besser mit Mol-Verhältnis 1:3 anstatt 1:2) bei 60° C: *Pentosen* und *reduzierende Pentose-Oligosaccharide* geben hellgrüne oder grünliche Blaufärbungen, welche beim Waschen mit Wasser nach hellrotbraun umschlagen. c) Mit getrennten Reagentien, zuerst Diphenylamin (Erhitzung auf 80° C) und anschließend mit Anilin (Erhitzung auf 80° C): *Aldoheptosen* und *1,4-verknüpfte reduzierende Aldohexose-Oligosacchairde* geben dieselben spezifischen Farben wie mit gemischtem Reagens; *Disaccharide mit einer reduzierenden Aldohexose* (anders als 1,4-verknüpft) und *Aldohexosen* grünlich-blau; *Turanose* hell-magenta; *Uronsäuren* purpur-braun; *Fructose* hell rotbraun; *Sorbose* gelb.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) 4, 206—213 (1960). Chem. Dept., Royal Holloway Coll., Univ. London, Englefield Green, Surrey (England). R. FRESENIUS

Die Bestimmung von Carboxylgruppen in oxydierter Cellulose führen P. BUSSIÈRE, L. GAVET und P. ROCHAS[1] *mit Hilfe radioaktiver Kationen* durch. Von dem durch die Einwirkung von Perjodsäure und Natriumchlorit oxydierten Material werden Pastillen im Gewicht von 38 mg geformt und diese in eine wäßrige Lösung von $^{60}Co(NO_3)_2$ oder $^{110}AgNO_3$ eingetaucht. Vorversuche zeigten, daß eine Konzentration von 1 mMol $Co(NO_3)_2$/ml, enthaltend 1 μc ^{60}Co/ml bzw. 3 mMol $AgNO_3$/ml mit 3 μc ^{110}Ag/ml optimal ist. Eine Eintauchzeit von 30 min reicht aus, um alle im Material vorhandenen Carboxylgruppen mit den radioaktiven Kationen zur Salzbildung zu bringen; eine Variation des p_H-Wertes der wäßrigen Lösung zwischen 4 und 5,6 hat keinen Einfluß auf das Ergebnis. Nach dem Eintauchen werden die überschüssigen Kationen ausgewaschen, die Pastillen getrocknet und unter einem Endfensterzählrohr gemessen. Die weichen β-Komponenten werden dabei durch einen Al-Absorber von 210 mg/cm^2 abgeschirmt, so daß bei ^{60}Co nur die γ-Strahlung, bei ^{110}Ag die γ-Strahlung und etwa 20% der 2,2 MeV-β-Strahlung gezählt

werden. — *Ergebnisse.* 1. Die oxydierte Cellulose fixiert doppelt soviel Ag^+-Ionen wie Co^{2+}-Ionen. 2. Man findet etwa halb soviel Carboxylgruppen wie nach dem Perjodsäureverbrauch zu erwarten sind; demnach treten bei der Oxydation Nebenreaktionen auf, die nicht zu der gewünschten Bildung von Aldehydgruppen führen. 3. Die gravimetrische COOH-Bestimmung nach der Uranylacetat-Methode[2] führt zu Resultaten, die erheblich höher liegen als die nach der vorgeschlagenen Methode erhaltenen, was auf Mitfällung von hydrolysiertem Uranylsalz zurückgeführt wird. Die Verwendung von Uranylnitrat an Stelle des Acetats bei der gravimetrischen Bestimmung bringt mit der radiometrischen Methode übereinstimmende Ergebnisse.

[1] Int. J. appl. Radiat. 8, 168—171 (1960). Inst. Rech. Catalyse, Villeurbanne (Frankreich). — [2] Farrar, J., S. M. Neale u. G. R. Williamson: Nature (London) **168**, 566 (1951); vgl. diese Z. **136**, 394 (1952). K. H. Neeb

Die Trennung und Bestimmung von α- und β-Naphthalinsulfonsäure gelingt nach W. Funasaka, T. Kojima und K. Fujimura[1] durch Adsorption an einer mit Amberlite CG-50 (200—400 mesh) gefüllten Kolonne (22,5 cm lang, 1,1 cm ⌀) und Elution mit 4 n Natriumchloridlösung von p_H 3,3—3,5 bei 40° C. Die Verteilungskoeffizienten für α- und β-Naphthalinsulfonsäure betragen 30 bzw. 70 bei p_H 3,5.

[1] Jap. Analyst **9**, 852—857 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Dep. Ind. Chem., Fac. Engng., Kyoto Univ. (Japan). H. Garschagen

Zur Identifizierung von Phenolen, Aminen und Aminoalkoholen eignet sich nach Untersuchungen von J. Woliński, D. Buza, E. Czerwińska-Fejgin und W. Zamłyński[1] *Phenylbenzoyldiazomethan* $C_6H_5CO \cdot CN_2 \cdot C_6H_5$ *(Azibenzil)* als Reagens. Es gibt mit den genannten Stoffen Diphenylessigsäurederivate, die scharfe, recht unterschiedliche Schmelzpunkte besitzen. Die Reaktionen werden ausgeführt, indem man 0,01—0,02 Mole der zu prüfenden Stoffe in trockenem Benzol löst, das Reagens in etwa 10% Überschuß, ebenfalls gelöst in trockenem Benzol, hinzufügt und auf etwa 60° C erwärmt. Das Reaktionsende wird an der Entfärbung der ursprünglich orangegefärbten Lösung und an dem Aufhören der Stickstoffentwicklung erkannt. Die Reaktionsprodukte kristallisieren entweder beim Abkühlen der Lösungen oder beim Verdampfen des Lösungsmittels. Sie werden durch Umkristallisieren aus Petroläther, Petroläther-Benzol, Essigsäure, Methanol oder Äthanol gereinigt und dann auf ihre Schmelzpunkte geprüft. In Tabellen der Originalarbeit sind die Derivate einer größeren Zahl von Aminen und Phenolen mit ihren Schmelzpunkten und den Ergebnissen der Elementaranalyse zusammengestellt. Eine gegenüber Literaturangaben etwas abgeänderte Darstellungsmethode des Reagenses ist angegeben.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **4**, 989—993 (1959) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. f. organ. Chem. d. Polytechn. Warschau (Polen). A. Kurtenacker

Über die Bestimmung von Hydrochinon durch potentiometrische Titration mit Cer(IV)-sulfatlösung berichten K. Ueno und T. Tachikawa[1]. Sie untersuchen die Titration in 1 n salzsauren, schwefelsauren und perchlorsauren Lösungen unter Verwendung der Elektrodenpaare Platin-Wolfram, Platin-Palladium, Platin-Gold und Platin-Silber. Die besten Potentialsprünge wurden mit den Elektrodenpaaren Platin-Wolfram und Platin-Palladium in salzsaurem Medium erhalten. Hydrochinonmengen von 3—25 mg können durch direkte Titration gut bestimmt werden.

[1] Jap. Analyst **9**, 873—877 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Chem. Section, Muroran Univ. Engng. (Japan). H. Garschagen

Als Farbreagens für primäre aromatische Amine eignet sich nach S. Sakai, K. Suzuki, H. Mori und M. Fujino[1] *p-Dimethylaminozimtaldehyd* (DAC) besser als p-Dimethylaminobenzaldehyd. — *Ausführung.* Man löst 1 g DAC und 50 g Trichloressigsäure in Methanol zu 100 ml. 1 ml methanolische Aminlösung mit 100—500 μg/ml wird mit 1 ml dieser Reagenslösung versetzt und mit Methanol auf 100 ml verdünnt. Die Extinktion der roten Lösung wird bei 555 nm gemessen. Aromatische sekundäre Amine geben mit DAC und Schwefelsäure in Methanol ebenfalls eine gute blauviolette Färbung.

[1] Jap. Analyst **9**, 862—864 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) yanagishima Work, Daiichi Seiyaku Co., Ltd. and Daiichi Kagakuyakuhin Co., Ltd. (Japan). A. Niemann

Primäre aromatische Amine sowie reaktive Methylgruppen bestimmen N. K. Mathur, S. P. Rao und D. Narain[1] durch Diazotierung bzw. C-Nitrosierung mit Alkylnitriten und potentiometrische Endpunktsanzeige. Die Methode ist vorteilhafter als jene, die Alkalinitrit als Quelle für salpetrige Säure und die Anwendung von KJ-Stärkepapier als Indicator vorschreibt. — Äthyl- und Butylnitrit werden nach der Vorschrift in Organic Syntheses 1955 Coll. Vol. II, S. 108, 204, hergestellt. Das gasförmige Äthylnitrit wird sofort in absol. Äthanol absorbiert, während Butylnitrit durch Destillation unter vermindertem Druck (24° C, 43 mm) gereinigt wird. Eine ungefähr 0,2 m Lösung von Butylnitrit wird hergestellt, indem man 20,6 g Butylnitrit in 1 Liter absol. Äthanol (der über KOH destilliert wurde) löst. Die Standardisierung der Lösungen erfolgt durch Titration mit $KMnO_4$ und durch potentiometrische Titration gegen Sulfanilsäure. Zur Stabilisierung wird den in gut verschlossenen, dunklen Flaschen aufzubewahrenden Lösungen etwas Glycerin beigefügt. — *Arbeitsweise.* 10 ml der etwa 0,05 m Aminlösung in HCl-Alkohol-Wasser-Gemisch werden in das Titriergefäß pipettiert und 5 ml konz. Salzsäure zugefügt. Als Elektroden-System verwendet man eine helle Platinspirale als Indicatorelektrode und eine gesätt. Kalomel-Bezugselektrode. Titration erfolgt durch Zugabe des Alkylnitrits aus einer Mikrobürette und Eintauchen der Auslaufspitze in die Titrierlösung, welche auf einer Temperatur von 5° $\pm$ 0,5° C gehalten wird. Zur Bestimmung reaktiver Methylengruppen werden die Verbindungen in Alkohol gelöst und in gleicher Weise titriert wie primäre aromatische Amine.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 312—316 (1960). Dep. Chem., Jaswant College, Jodhpur (Indien). R. Fresenius

Zum qualitativen Nachweis von aromatischen Aminen eignet sich nach W. E. Hearn und R. Kinghorn[1] eine Farbreaktion mit Cer(IV)-ammoniumnitrat in verd. Salpetersäure, wobei je nach Art des Amins verschieden gefärbte Oxydationsprodukte (blau, rot, violett, gelb) entstehen. Aliphatische und alicyclische Amine sowie im Kern substituierte Nitroderivate von aromatischen Aminen zeigen die Farbreaktion nicht. — *Arbeitsweise.* 0,05 g freie Base oder etwa die äquivalente Menge Salz werden in 100 ml Aceton-Wasser (3 + 1) gelöst. 10 ml dieser Lösung werden mit 2 Tr. Reagenslösung [10 g Cer(IV)-ammoniumnitrat in 100 ml 5%iger Salpetersäure] vermischt, und die Farbe wird beobachtet. Nach 0,5—1 min langem Erwärmen in einem Wasserbad wird die endgültige Farbe beurteilt. — Von 33 aromatischen Aminen werden die Färbungen angegeben.

[1] Analyst **85**, 766—768 (1960). Chem. Inspectorate, Ministry Aviation Headquarters Building, Royal Arsenal Woolwich, London (England). H. Garschagen

Nachweis und colorimetrische Bestimmung von aromatischen Polynitroverbindungen gelingt nach E. Sawicki und T. W. Stanley[1] auf Grund von Farbreaktionen mit Fluoren oder Butanon. Die hierbei entstehenden blauen bis

grünen Färbungen können als qualitative Tüpfelreaktion und unter gewissen Vorbehalten auch als quantitative colorimetrische Bestimmung verwendet werden. — *Tüpfelreaktion.* Auf eine Tüpfelplatte gibt man 1 Tr. (0,02 ml) 25%ige wäßrige Tetraäthylammoniumhydroxidlösung, 1 Tr. 5%ige Fluoren- bzw. 50%ige Butanonlösung (beide in Dimethylformamid) sowie 1 Tr. der in Dimethylformamid gelösten Probe. — *Zum Nachweis auf Filterpapier* wird genauso verfahren, nur wird die Probemenge auf 0,001 ml herabgesetzt. — Die Erfassungsgrenzen betragen je nach Ausführungsart (die Reaktion auf Papier kann bis zu 20mal empfindlicher sein!) und Polynitroverbindung 0,01—60 μg. Von 23 Verbindungen werden Farbe und Erfassungsgrenze in der Originalarbeit angeführt. — *Colorimetrische Bestimmung.* Zu 5 ml Probelösung (in Dimethylformamid) gibt man 5 ml 0,1%ige Fluorenlösung (ebenfalls in Dimethylformamid) sowie 1 ml 10%ige wäßrige Tetraäthylammoniumhydroxidlösung. Man verdünnt zu 50 ml mit Dimethylformamid und nimmt das Absorptionsspektrum innerhalb 3 min auf. Die Absorptionsmaxima liegen zwischen 560 und 738 nm.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 551—556 (1960). Air Pollution Engng. Res., Robert A. Taft Sanitary Engng. Center, Cincinnati, Ohio (USA). H. GARSCHAGEN

Bei der direkten reduktometrischen Titration von Azofarbstoffen mit Vanadium(II)-sulfat (bis zur Entfärbung) ergeben sich nach Versuchen von M. MATRKA und Z. SÁGNER[1] in vielen Fällen Fehlresultate. Die Verff. zeigen dies am Beispiel des Methylrots. Bei der Titration erfolgt Entfärbung der Lösung schon bei viel niedrigerem Vanadium(II)-verbrauch als der der Berechnung zugrundegelegten Gleichung $-N{=}N- + 4V^{2+} + 4H^+ \rightarrow 2{-}NH_2 + 4V^{3+}$ (I) entspricht. Das kommt daher, daß sich auch das entstandene V^{3+} an der Reduktion des Azofarbstoffes beteiligt: $-N{=}N- + 4V^{3+} + 4H^+ \rightarrow 2{-}NH_2 + 4V^{4+}$. Wie groß die Unterschiede sind, zeigt die potentiometrische Titration. Der erste Potentialsprung, der der Entfärbung der Lösung entspricht, tritt bereits bei etwa 54,5% des Sollverbrauchs der Vanadium(II)-lösung ein. Der zweite große Potentialsprung stimmt mit dem Sollverbrauch an Vanadium(II)-lösung nach Gl. (I) überein, also auch mit der vollständigen Rücküberführung des V^{4+} in V^{3+}: $V^{4+} + V^{2+} \rightarrow 2\,V^{3+}$ (MAASS)[2]. Ähnlich wie Methylrot verhalten sich Methylorange und andere Azofarbstoffe. Verläßliche Resultate ergibt die visuelle Titration nur bei schwer reduzierbaren Verbindungen, z. B. bei Anthrachinon oder Pyrazolanthron[3].

[1] Chem. Průmysl **10**, 474—475 (1960) [Tschechisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Forsch.-Inst. organ. Synthesen, Pardubice-Rybitví (ČSSR). — [2] MAASS, K.: diese Z. **97**, 241 (1934). — [3] MATRKA, M., u. Z. SÁGNER: Chem. Listy **51**, 68 (1957); Chem. Průmysl **7**, 484 (1957); vgl. diese Z. **161**, 52 (1958). H. FREYTAG

Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) und 1,2-Cyclohexandiamintetraessigsäure (CDTE) lassen sich nach D. ROUBALOVA und J. DOLEZAL[1] amperometrisch an der Quecksilbertropfelektrode titrieren. Werden 0,01—0,0001 m Lösungen in 0,2 m Acetatpufferlösung (p_H 5—6) beim Tropfelektrodenpotential von 0,1 V gegen eine Quecksilber(I)-sulfatelektrode mit Quecksilber(II)-nitratlösung (0,01 bis 0,001 m) titriert, wobei 2—3 Tr. 0,01 m Fuchsinlösung als Maximumunterdrücker enthalten sein sollen, so kann der Äquivalenzpunkt zuverlässig am Durchgang des Galvanometers durch den Nullpunkt abgelesen werden. (Die Titrationskurve besitzt nur bei Titration von CDTE einen schwachen Knick im Äquivalenzpunkt.) Der Fehler der Analyse liegt bei 0,2%. Auch die umgekehrte Titration ist möglich. — Hingewiesen ist auf die indirekte Bestimmung komplexbildender Metalle nach dieser Methode.

[1] Chemist-Analyst **49**, 76 (1960). Pädagog. Hochschule u. Karlsuniversität, Prag (ČSSR). K. CRUSE

Chromatographische Trennung von Carbonsäuren mit phenolischen Hydroxylgruppen. T. Seki, K. Inamori und K. Sano[1] beschreiben die erfolgreiche Anwendung von Kationenaustauscherharzen als Adsorbentien zur chromatographischen Trennung einiger phenolischer Säuren wie der *Dihydroxy-phenylessigsäuren, Dihydroxybenzoesäuren, Hydroxybenzoesäuren, Salicylsäure, p-Hydroxyphenylpropionsäure, Phenylessigsäure* und *Benzoesäure*. Als Lösungsmittel dient die β-Phenylpropionsäure. — Die *Trennung der Komponenten* wurde in verschiedenen Lösungsmittelsystemen durchgeführt. Bei der Verwendung von Duolite C 25 (200 bis 300 mesh) in der Na^+-Form diente als Eluierungsmittel 0,1 n Citratpuffer vom p_H 4,34 $\pm$ 0,02 mit einem Gehalt von 20 Vol-% Alkohol. Beim Einsatz von Amberlite IRC 50 in der H^+-Form (200—300 mesh) wurden Mischungen von verd. Salzsäure, Aceton und Methyläthylketon im Verhältnis 9:1:2 und 6:1:2 verwendet. Die Säulenausmaße waren 0,76 × 95 cm und 0,76 × 112 cm für Amberlite IRC 50 und 0,8 × 95 cm für Duolite C 25. Die quantitative Analyse der einzelnen Eluate, welche in Mengen von 20 oder 40 Tr. in einem automatischen Fraktionssammler aufgefangen wurden, erfolgte UV-spektroskopisch. Es konnte gezeigt werden, daß mono- und dihydroxylierte Benzoe- und Phenylessigsäuren sich unter den angeführten Bedingungen mit Erfolg trennen lassen bei einer Wiedergewinnung von 80—90% der eingesetzten Menge. Für die 2,5-Dihydroxyphenylessigsäure ergab sich eine 65%ige Rückgewinnung bei Verwendung einer Trennsäule mit Amberlite IRC 50.

[1] J. Biochemistry (Tokyo) **46**, 1653—1657 (1959). Dep. Genetics, Dept. of Biochem. and Dept. Pharm., Univ. Med. School, Osaka (Japan). E. Bayer

Terephthalsäure in Mengen von nur 0,1% in Gemischen der Phthalsäure-Isomeren läßt sich nach M. E. Hall und R. C. McNutt[1] polarographisch bestimmen, wenn etwa 0,5 g der Probe in 10—15 ml 1 m Lithiumhydroxidlösung gelöst, auf 25 ml mit LiOH-Lösung aufgefüllt, mit Stickstoff von Sauerstoff befreit und dann von —1,7 bis —2,1 V (gegen die gesätt. Kalomelelektrode) an der Quecksilbertropfelektrode (1,67 mg/sec) gegen eine Quecksilberbodenanode polarographiert werden. Allein die Terephthalsäure wird unter diesen Bedingungen reduziert ($E^1/_2 = -1{,}93$ V, die 2. Stufe fällt in den Bereich des Endanstieges). Obwohl die Diffusionsstufe relativ schlecht ausgebildet ist, sind Gehalte von 2% aus drei Bestimmungen auf $\pm$ 0,1% analysierbar.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1073—1074 (1960). The Chemstrand Corp., Decatur, Ala. (USA). K. Cruse

Das polarographische Verhalten von 4-Nitrophenyl- und 4-Aminophenyl-azosalicylsäure beschreiben A. S. Levin und Z. I. Fodiman[1]. Die Gestalt der Polarisationskurven hängt stark vom p_H-Wert der Lösung ab. Die polarographisch aktiven Gruppen sind —N=N— und $-NO_2$. Bei p_H 4,3 fallen die Halbwellenpotentiale beider Substanzen noch zusammen, während bei p_H 9,2 getrennte Wellen auftreten. Die erste Welle entspricht der Azogruppe der Nitrophenylsäure, die zweite gehört zur Azogruppe der Aminophenylsäure und Nitrogruppe der Nitrophenylsäure. Der Diffusionsstrom ist in allen Fällen linear proportional der Konzentration sowohl in Acetat-, Phosphat- als auch in Boratpufferlösungen. Bei Konzentrationen von $2 \cdot 10^{-3}$ m der Nitroverbindungen erreicht man Analysengenauigkeiten von 0,5%, bei höheren Konzentrationen von etwa 0,2%.

[1] Zavodskaja Laborat. **26**, 1090—1093 (1960). Inst. f. org. Halbprodukte u. Farben. O. Gautsch

Eine quantitative polarographische Radikalbestimmung geben H. Berg und H. Schweiss[1] für die bei der photosensibilisierten polarographischen Reduktion von Chinonen und Ketonen *(Campherchinon, Benzil, Anthron, Benzophenon, Aceto-*

phenon, Fluorenon) entstehenden Radikale an. — Der Oxydationsstrom wird nach kurzzeitiger polarographischer Reduktion direkt in der Quarzlampenbestrahlungszelle bei konstantem Potential mittels Wechselstrompolarographen oder Umschalter gemessen. — Es sind polarographische Aufnahmen über die Bestimmung der Radikalkonzentration bei der photosensibilisierten Reduktion von Campherchinon (Hg-Brenner U 500, Polarograph 7-77-4/b, $4 \cdot 10^{-4}$ m Campherchinon in 0,1 m NaOH, 40% Isopropanol, $\pi = -0{,}75$ V, $S = 1{,}5 \cdot 10^{-9}$ Amp./mm) und Benzophenon ($4 \cdot 10^{-4}$ m in 0,1 n NaOH, 40% Isopropanol, $\pi = -0{,}95$ V, $S = 1{,}5 \cdot 10^{-9}$ Amp./mm) abgebildet. Die maximale Radikalkonzentration beträgt hierbei $\sim 4 \cdot 10^{-5}$ m. Die Nachweisgrenze für Radikale liegt wie für Ketone und andere Depolarisatoren etwa bei 10^{-6} Mol/l.

[1] Naturwissenschaften **47**, 513 (1960). Dtsch. Akad. Wiss. Berlin, Inst. Mikrobiologie exp. Therapie, Jena. H. SPECKER

Zur papierchromatographischen Trennung und Identifizierung von Aminoanthrachinonen eignen sich nach J. GASPARIČ[1] die Systeme 1-Bromnaphthalin-Pyridin-Wasser sowie Formamid-Toluol oder Chloroform. — *Arbeitsweise.* Die Papierstreifen werden durch eine 10%ige methanolische 1-Bromnaphthalinlösung bzw. eine 20%ige äthanolische Formamidlösung gezogen und dann 15 min bei Zimmertemperatur getrocknet. Die zu chromatographierenden Proben werden 0,5%ig in Pyridin in Mengen von 1—2 ml aufgetragen. Als Fließmittel für die mit 1-Bromnaphthalin vorbehandelten Papiere wird Pyridin-Wasser (1:1) oder (2:1) (mit 1-Bromnaphthalin gesättigt) benutzt. Im Falle des Formamids als stationäre Phase wird Toluol oder Chloroform als mobile Phase verwendet. Die Anthrachinonderivate wandern als intensiv gefärbte Flecken; von 37 untersuchten Verbindungen mußte lediglich das 2,6-Diaminoanthrachinon durch Besprühen mit p-Diaminobenzaldehydreagens (1 g gelöst in 95 ml Äthanol und 5 ml konz. Salzsäure) sichtbar gemacht werden. Die R_f-Werte und Farben der Flecken werden in der Originalarbeit angegeben. — Zur *Reinheitsprüfung von technischem 2,6-Diaminoanthrachinon* ist vor allem das zweite System geeignet. In einem technischen Produkt konnten 8 Verunreinigungen nachgewiesen werden, von denen 1- und 2-Aminoanthrachinon sowie 1,2- und 2,7-Diaminoanthrachinon identifiziert werden konnten.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **4**, 75—79 (1960). Forsch.-Inst. org. Synthesen, Pardubice-Rybitví (ČSSR). H. GARSCHAGEN

Die monosubstituierten 1,3,4-Oxadiazole lassen sich nach A. P. GREKOV und O. P. ŠVAJKA[1] mit Natriumnitrit potentiometrisch im Makro- und Mikromaßstab bestimmen. Die Reaktion mit Nitrit geht in zwei Stufen vor sich. Zuerst wird unter Protonenkatalyse der Ring hydrolytisch aufgespalten unter Bildung von Ameisensäure und des primären Hydrazids. Danach erfolgt die Umsetzung mit salpetriger Säure zum Azid. Im ganzen reagiert 1 Mol Oxadiazol mit 1 Mol Nitrit. Die analysierten Substanzen sind: 2-Phenyl-, 2-(p-Nitrophenyl)-, 2-(p-Tolyl)-, 2-(p-Methoxyphenyl)-, 2-(p-Aminophenyl)-, 2-(p-Di-methyl-aminophenyl)- und 2-(p-Carboäthoxyphenyl)-1,3,4-Oxadiazol. — *Ausführung.* 0,01—0,1 mMol der zu untersuchenden Substanz löst man in konz. Salzsäure und fügt, falls es die Löslichkeit erlaubt, die 2—3fache Menge Wasser hinzu. Bei schwerer löslichen Verbindungen nimmt man Eisessig oder erwärmt die Lösung. Danach titriert man potentiometrisch unter energischem Schütteln aus einer Bürette, deren Ausflußöffnung in die Flüssigkeit eintaucht, anfangs schnell (0,5—1 ml), danach in kleineren Mengen (0,1—0,01 ml) mit 0,01 n Natriumnitritlösung. Gegebenenfalls ist der Verbrauch durch die Aminogruppe zu berücksichtigen. Die Genauigkeit beträgt etwa 1%.

[1] Ž. anal. Chim. **15**, 731—733 (1960) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Forsch.-Inst. f. chem. Reagentien, Zweigstelle Charkov (UdSSR). H.-J. DREWITZ

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Literatur. K. Höll, *Untersuchung, Beurteilung, Aufbereitung von Wasser.* 3. völlig neubearbeitete und erweiterte Auflage, XI, 235 Seiten, Walter de Gruyter & Co., Berlin W 35, 1960. Geb. DM 24.—.

Das Buch ist gegenüber der 1. Auflage[1] und gegenüber der 2. Auflage[2] überarbeitet bzw. verbessert und erweitert worden. Neu aufgenommen wurden unter anderem ein Abschnitt über die Radioaktivität von Trinkwasser und ihre Messung (eine Bestimmung der Radioaktivität allein nach den Angaben dieses Abschnittes erscheint aber praktisch nicht durchführbar, so daß die dort angeführte Literatur zu Rate gezogen werden muß), eine photometrische Methode zur Bestimmung des Chroms und ein Abschnitt über Mineralwasser und Heilwasser. Auf die Abschnitte über die Beurteilung des Trink- und Brauchwassers für die zentrale Wasserversorgung und über die Untersuchung und Beurteilung von Schwimmbadwasser, Wasser für Bauzwecke, Oberflächenwasser (Vorflut) und Abwasser u. a. sei besonders hingewiesen.

[1] Vgl. diese Z. **126**, 152 (1943). — [2] Vgl. diese Z. **169**, 207 (1959). W. Schneider

Milton J. Rosen und Henry A. Goldsmith, *Systematic Analysis of Surface-Activ Agents,* Serie: Chemical Analysis Vol. 12, XVII, 422 Seiten, Interscience Publishers Inc., New York, 1960. Preis: $ 13.50.

Die schwierige Analyse der oberflächenaktiven Stoffe hat nun endlich in dem vorliegenden Werk ihre zusammenfassende Darstellung gefunden. Der Stoff ist außerordentlich klar gegliedert und durch viele, die Übersicht erleichternde Tabellen und Zusammenstellungen ergänzt. In ausführlicher Darstellung werden die Trennung und Isolation von oberflächenaktiven Substanzen aus Mischungen und die qualitative und quantitative Analyse dieser Stoffe behandelt. Das Kapitel über die qualitative Analyse umfaßt 80, das über die quantitative Analyse etwa 60 und das über die Trennung von Mischungen von oberflächenaktiven Stoffen etwa 100 Seiten. Jedes Kapitel wird von einem ausführlichen Literaturverzeichnis beendet. Die vorliegende systematische Darstellung der Analyse von oberflächenaktiven Stoffen dürfte ein vorzügliches Hilfsmittel für den Analytiker sein, der sich mit diesen Problemen beschäftigen muß. Wünschenswert erscheint eine Übersetzung des Werkes in die deutsche Sprache. W. Schneider

0,5—2 ppm Nitrobenzoldampf in Luft lassen sich nach einer Methode von G. C. Hands[1] im freien Gelände ohne spezielle Laboratoriumsapparate bestimmen. Man saugt 6 l der Probeluft mit einer Geschwindigkeit von 1,5 l/min durch 2 ml Cellosolve (2-Äthoxyäthanol), das sich in einer Waschflasche von 9 cm Tiefe und 1,3 cm ⌀ befindet. Die Waschflasche soll in ihrer Mitte eine Erweiterung auf 2,5 cm ⌀ haben; das Einleitungsrohr soll 0,2 cm weit sein. Man setzt 1 ml flüssiges Zinkamalgam (6 g Zn, 300 g Hg und 5 ml 20%ige Schwefelsäure) und 4 ml Salzsäure (5 ml konz. Säure auf 100 ml verdünnen) zu, schüttelt die verschlossene Flasche 1 min lang, entnimmt 5 ml der überstehenden Lösung, setzt 0,5 ml 3,5%ige Natriumnitritlösung zu, schüttelt 2 min, fügt 2 ml 10%ige Sodalösung und 0,5 ml 0,8%ige 2-Naphthol-3,6-disulfonsäurelösung vom p_H 8 (mit 1 m Natriumcarbonatlösung eingestellt) zu, schüttelt wieder, versetzt mit 2 ml Ammoniaklösung [20 ml (D 0,880) auf 100 ml verdünnen] und vergleicht die erhaltene Färbung mit der entsprechender Standards.

[1] Analyst **85**, 843—845 (1960). Lab. Government Chemist, Clement's Inn Passage, Strand, London W. C. 2 (England). Klaus Brodersen

Zur Bestimmung von 8—500 μg Schwefeltrioxid (0—50 ppm) neben 2000 bis 3000 ppm Schwefeldioxid in Abgasen beschreiben R. S. Fielder und C. H. Morgan[1] eine *Titrationsmethode*. Man absorbiert das Probegas in einer Mischung von Isopropanol und Wasser (4:1). Hierbei wird aus SO_3 Schwefelsäure gebildet und die Oxydation des SO_2 verhindert. Dann wird 0,04%ige „Thoron"-Lösung (Natriumsalz der 1(o-Arsenophenylazo)-2-naphthol-3,6-disulfonsäure) als Indicator zugesetzt und mit 0,0025 m Bariumperchloratlösung titriert. Bei sehr kleinen Sulfatmengen wird mit 0,0005 m Bariumperchloratlösung titriert und die photometrische Endpunktsanzeige verwendet. Dazu dient der Barium-Thoronkomplex mit dem Absorptionsmaximum bei 550 nm.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 538—540 (1960). Central Electr. Res. Lab., Leatherhead (England). Klaus Brodersen

Über die Verwendung von Neon als Trägergas bei gaschromatographischen Heliumbestimmungen in Neonkonzentraten und in Erdgas berichtet E. Zieliński[1] in Fortsetzung früherer Versuche[2]. Wegen der größeren Unterschiede im Wärmeleitungsvermögen gewährleistet Neon eine größere Nachweisempfindlichkeit und genauere Resultate als der bisher als Trägergas verwendete Wasserstoff. Zur Durchführung der Heliumbestimmung dient der früher[2] beschriebene, mit Wärmeleitungsdetektor versehene Apparat. Die chromatographische Säule (Länge 1 m, Innen-⌀ 4 mm) ist mit Adsorptionskohle R polnischer Herkunft (Korngröße 0,3 bis 0,8 mm) gefüllt. Zur Aktivierung wird die Säule 2,5 Std lang bei einem Druck von 0,1 mm auf 160° C erwärmt. Man kühlt die Säule dann mit flüssigem Stickstoff auf etwa —190° C und füllt mit chromatographisch reinem Neon bis zum Druckausgleich mit der Atmosphäre. Dann läßt man das Trägergas mit der Geschwindigkeit von etwa 8—10 ml Ne/min durchströmen. Die zu untersuchende, etwa 5—10 ml betragende Probe des Neonkonzentrats wird mittels des mit Quecksilber geeichten Dosierers nach Rose[3] in die Säule eingebracht: der im Chromatogramm erscheinende symmetrische Helium-Peak wird ausgemessen und mit den mit reinem Helium erhaltenen Eichungswerten verglichen. Die Analysenresultate sind mit einem Fehler von 0,2—0,5% relativ reproduzierbar; die Dauer einer Analyse (ohne Aktivierung der Säule) beträgt etwa 10—15 min. Bei Verwendung von Wasserstoff als Trägergas beträgt der Bestimmungsfehler mehr als 2% relativ. — Bei der Heliumbestimmung in Erdgasen wie auch bei Analysen von Neonkonzentraten mit weniger als 1% He muß der eigentlichen Chromatographiesäule eine Anreicherungssäule (Länge 70 cm, Innen-⌀ 4 mm) vorgeschaltet werden. Diese wird mit demselben Adsorbent gefüllt und bei der Einführung der zu analysierenden Gasprobe (etwa 300—500 ml) auch durch Tauchen in ein Dewar-Gefäß mit flüssigem Stickstoff gekühlt. Das mit Helium angereicherte, am Ausgang der Anreicherungssäule sich ansammelnde unsorbierte Restgas wird unter kurzdauernder Tieferstellung des Dewar-Gefäßes in die Chromatographiesäule eingeführt. Auf diese Art kann noch ein Gehalt von 0,001% He bei einer Analysendauer von 30 bis 40 min erfaßt werden.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 605—610 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Lehrk. Allg. Chem., Berg- und Hüttenmännische Akad. Kraków (Polen). — [2] Zieliński, E.: Chem. analit. (Warszawa) **5**, 297 (1960). — [3] Rose, B. A.: Analyst **84**, 547 (1959). M. Hřivnáč

Zur Bestimmung des Naphthalingehaltes von Stadtgas mittels Pikrinsäure bemerken Gy. Iványi und V. Róna[1], daß beim Fällen von Naphthalinpikrat langsam zugetröpfelte Pikrinsäure einen sich rasch absetzenden, kristallinen, zugegossene Reagenslösung aber einen flockigen, auf der Oberfläche schwimmenden

Niederschlag liefert. Die Zusammensetzung der beiden Formen ist gleich, aber infolge abweichender morphologischer Struktur ist die Löslichkeit verschieden. Die ermittelte Naphthalinmenge ist nach langsamer Abscheidung kleiner, die Menge des durch Zugießen der Reagenslösung gefällten Niederschlags stimmt besser mit dem richtigen Wert überein. Ein kleiner Reagensüberschuß und Kühlen der Lösung sind vorteilhaft. Der Niederschlag wird stark abgesaugt, gelöst und der Pikrinsäuregehalt mit 0,1 n Natronlauge gemessen. Für die Bestimmung des Naphthalingehaltes von Stadtgas wird Pikrinsäurelösung als Waschflüssigkeit verwendet. Von 3 nacheinander geschalteten, mit Pikrinsäure beschickten Waschflaschen wird die mittlere mit Eis gekühlt.

[1] Magyar Kémikusok Lapja **15**, 568—571 (1960) [Ungarisch]. Forsch.-Inst. Chem. Schwerind., Veszprém (Ungarn). J. Plank

Titrimetrische Bestimmung von in wasserfreiem Ammoniak gebundenem Kohlendioxid. A. R. Adam, R. Syputa und W. E. Stephenson[1] arbeiten nach folgendem Prinzip: Das flüssige Ammoniak wird verdampft, wobei Ammoniumcarbaminat quantitativ zurückbleibt. Man versetzt mit Schwefelsäure, spaltet dadurch Ammoniumcarbaminat in Ammoniak, das zu Ammoniumsulfat gebunden wird, und Kohlendioxid, absorbiert letzteres in Bariumhydroxidlösung und bestimmt es titrimetrisch. — Die verwendete Apparatur besteht aus einem zylindrischen Probengefäß (Edelstahl, Typ 316, 500 ml Inhalt), das an beiden Enden mit Stahlnadelventilen versehen ist, einem Säurewaschturm, einem mit Glaswolle gefüllten Turm als Falle, einem Absorptionsgefäß, beschickt mit Bariumhydroxidlösung, und einem Gaszähler. — *Arbeitsweise.* Nach Spülen des Probenzylinders mit kohlendioxidfreiem Stickstoff wird flüssiges Ammoniak unter Kühlung eingefüllt und gewogen. Man öffnet das obere Ventil und läßt das Ammoniak bei etwa 20° C im Wasserbad verdampfen, wobei kein flüssiges Ammoniak durch Verspritzen verlorengehen darf. Anschließend wird der Säurewäscher mit 150 ml 2 n Schwefelsäure gefüllt und zusammen mit der Falle 10 min mit Stickstoff gespült. Nach Durchleiten von Stickstoff durch das Absorptionsgefäß wird es mit 0,01 n Bariumhydroxidlösung gefüllt und mit Oxalsäurelösung gegen Phenolphthalein titriert, wodurch der Wert für die gesamte Menge Bariumhydroxid ermittelt wird (Wert A). Man verwirft die Lösung und beschickt das Absorptionsgefäß erneut mit der gleichen Menge Bariumhydroxidlösung. Anschließend werden alle Teile der Apparatur verbunden. Man drückt Säure aus dem Säurewäscher in das Probengefäß, schließt dessen Ventile und schüttelt 1 min. Nach Zurückdrücken der Säure in den Säurewäscher läßt man 14 l/Std Stickstoff durchströmen. Danach wird das Absorptionsgefäß von der Apparatur abgenommen und die Bariumhydroxidlösung mit Oxalsäure titriert (Wert B). Eine Blindbestimmung ohne Probe ist Wert C. — Die Berechnung (ppm) erfolgt nach folgender Formel $(A - B - C) \cdot N \cdot F/G$; N Normalität der Oxalsäure, F 22 005 (Äquivalentgewicht von Kohlendioxid · 1000), G Gewicht der Probe in Gramm. Die beschriebene Methode ist durch Zugabe von bekannten Mengen Kohlendioxid geprüft worden. Für Mengen Kohlendioxid zwischen 6 und 54 ppm liegt die Genauigkeit bei $\pm$ 1,5 ppm.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1319—1320 (1960). Western Operations Inc., Richmond Refinery, Standard Oil Co., Richmond, Calif. (USA). Annemarie Hollstein

Die Bestimmung der Größenverteilung und Zusammensetzung der Teilchen von Schwefelsäure-Aerosolen wird nach J. P. Lodge jr., J. Ferguson und B. R. Havlik[1] in einem Arbeitsgang durchgeführt. — *Ausführung.* Jeweils ein Objektträger wird 1. zur Teilchengrößebestimmung mit einer dicken Siliconölschicht (Dow-Corning, 200 fluid; 2500 Stok) und 2. zur H_2SO_4-Bestimmung mit

einem Filmstreifen, der durch 5 min Behandlung mit der Reagenslösung (siehe unten) hergestellt wird, überzogen. Beide Objektträger werden in eine Kammer gebracht, die Versuchslösung wird mit 10% H_2SO_4 eingesprüht (15 min Wartezeit). Die Größen der Teilchen werden durch direkte Auszählung der Tröpfchen (kugelförmig) auf dem Siliconöl-Objektträger bestimmt. Die Schwefelsäuretröpfchen auf Objektträger 2 geben im Mikroskop beim Durchlicht (polarisiert) vollkommen runde milchig-gelbe Kreise auf blauem Untergrund. Andere Säuren zeigen gelbe Punkte, jedoch ohne den milchigen Niederschlag des $BaSO_4$. Phosphorsäurepunkte, die auch eine milchige Trübung ergeben, können mit gekreuztem Polarisator und Analysator unterschieden werden. Andere Sulfate und Phosphate geben milchige Trübungen, zeigen aber den Farbumschlag vom Bromphenolblau nicht. Auf Grund einer großen Anzahl von Versuchen kann ein Verhältnis $D_2 = 2{,}5\ D_1$ angegeben werden, wobei D_1 bzw. D_2 die Tropfendurchmesser nach Probe 1 bzw. 2 bedeuten. Danach läßt sich die Tropfengröße auf $\pm$ 30% ermitteln. Über 90% relative Feuchtigkeit gilt die Gleichung nicht. — *Reagenslösung.* 0,05 g Bromphenolblau, 5 g $BaCl_2$ und 3 ml einer 1,5%igen Natronlauge werden in 300 ml Wasser gelöst.

[1] Analyt. Chemistry **32**, 1206—1207 (1960). Chem. Res. Develop., Air Poll. Engng. Res., R. A. Taft Sanitary Engng. Center, U.S. Publ. Health Service, Cincinnati 26, Ohio (USA). S. Prakash

Treibgas- und Alkohol-Wirkstoffbestimmung in Aerosol-Dosen. Der Inhalt von Sprühflaschen besteht im allgemeinen aus der alkoholischen Lösung des Wirkstoffes und dem Treibgas, meist Frigenen. C. Bauschinger[1] modifiziert das Bestimmungsverfahren von C. Liotta[2], bei dem man das Gas langsam durch Wasser perlen läßt und die Gewichtszunahme des Wassers bestimmt, zu einer Schnellmethode, die an Stelle von 24 Std nur noch 15—20 min benötigt. — *Ausführung.* Von der Aerosoldose wird der Sprühkopf abgenommen und mit einem kurzen Gummischlauch eine gewogene Gaswaschflasche mit 50%iger $CaCl_2$-Lösung angeschlossen, die in einem Temperaturbad von 55—60° C steht. Durch Druck auf das Ventil entleert man die Flasche in 5—10 min, läßt die Waschflasche noch 5—10 min temperaturkonstant stehen und wägt dann. Die Zunahme des Gewichtes entspricht der Menge Alkohol-Wirkstofflösung, während die Treibgasmenge aus dem Anfangs- und Leergewicht der Aerosoldose ermittelt werden kann. Die Absorptionslösung muß jedesmal erneuert werden. Die Genauigkeit beträgt bei dieser Methode $\pm$ 1—2%. Bei höheren Ansprüchen an die Genauigkeit wird folgende *Arbeitsweise* empfohlen: Man kühlt die Dose auf mindestens —30° C ab und überführt den Inhalt unter Nachspülen mit Frigen in einen gewogenen Rundkolben. Dann wird ein Dimroth-Kühler aufgesetzt, durch den 30° C warmes Wasser aus einem Thermostaten geleitet wird. Die Destillation wird unter allmählichem Anheizen des Wasserbades eingeleitet und bei Siedetemperatur etwa 1 Std durchgeführt. Dann wägt man den Destillationsrückstand im Kolben, destilliert noch $^1/_2$ Std weiter und nimmt die Kontrollwägung vor. Bei hohem Frigengehalt kann die erste Wägung erst nach $1^1/_2$ Std vorgenommen werden.

[1] Parfüm u. Kosmet. **41**, 261—262 (1960). Lab. Fa. J. G. Mouson & Co., Frankfurt a. M. — [2] File Chgo. Lab. Bur. Int. Rev.-Index No. 21 S-Toi: Prep-6.
Margot Zimmermann

Wasseruntersuchung. *Die photometrische Methode zur Bestimmung von Ammoniak* nach J. M. Kruse und M. G. Mellon[1] durch *Oxydation mit Chloramin T und Anfärbung mit einem Reagensgemisch aus Pyridin, Pyrazolon und Bispyrazolon* wird von T. Unemoto, Y. Tsuda und M. Hayashi[2] überprüft und modifiziert. Es wird gezeigt, daß die entstehende Färbung der Bildung von Rubazonsäure ($C_{20}H_{17}O_2N_5$) zuzuordnen ist. Für die Bestimmung wird das Oxydationsprodukt des Ammoniaks

mit Tetrachlorkohlenstoff extrahiert, mit Bispyrazolon zur Rubazonsäure umgesetzt und das gleichzeitig als Nebenprodukt entstandene Pigment mit Pyrazolon reduziert. Die Empfindlichkeit der Methode konnte so um den Faktor 2 gesteigert werden. Das Beersche Gesetz ist im Bereich 0,05—0,5 μMol NH_3 erfüllt (Absorptionsmaximum 450 nm). Kupfer und Eisen stören nicht mehr, jedoch verhindern Bromid sowie Jodid die Farbentwicklung teilweise und Silber praktisch völlig. Der störende Einfluß von Methylamin, Dimethylamin und Trimethylamin nimmt in der genannten Reihenfolge ab.

[1] Sewage and Ind. Wastes **24**, 1264 (1952); Analyt. Chemistry **25**, 1188 (1953); vgl. diese Z. **146**, 64 (1955). — [2] J. pharmac. Soc. Japan **80**, 1089—1092 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Chiba Univ. (Japan). E. Bankmann

Zur Bestimmung von Gold, Wismut, Zink und Cadmium in Meerwasser reichert R. R. Brooks[1] die Spuren dieser Metalle mit dem stark basischen Anionenaustauscher Amberlite IR-400 an. Man macht die Probe (0,25 t Meerwasser) 0,1 n salzsauer, setzt Bromwasser bis zur Konzentration von 10 ppm zu und läßt die Lösung mit einer Geschwindigkeit von 120 ml je Stunde (100 Tage für 250 l Meerwasser) durch die Säule von 13,2 cm Länge und 0,5 cm^2 Querschnitt laufen. Dabei werden die Hauptbestandteile des Wassers, die in salzsaurer Lösung keine anionischen Chlorokomplexe bilden, abgetrennt. Man wäscht mit 2 n Salzsäure und eluiert mit 1 Liter 0,25 n Salpetersäure, dampft mit etwas Kochsalz zur Trockne ein und bestimmt die einzelnen Elemente spektralanalytisch: Au 2676 Å; Bi 3067 Å; Cd 3261 Å; Zn 3345 Å. Als Vergleichsstandard wird Sb (3267 Å) verwendet.

[1] Analyst **85**, 745—748 (1960). Univ. Kapstadt (Süd-Afrika).

Klaus Brodersen

Eine mikroanalytische Methode zur Bestimmung kleinster Bleigehalte in urgeschichtlichen Legierungen (Bronzen) unter Verwendung des Korundstäbchens als Abstrich- und Aufschlußbehelf und anschließender Tüpfelreaktion mit Rhodizonat auf Papier beschreibt H. Ballczo[1]. Der Abstrich erfolgt in einer Länge von 60 mm entlang den Mantellinien des Sinterkorundstäbchens (Degussit Al 24, 100 mm lang, 2 mm dick). Die Probe (bis zu 2000 μg) wird in einem Mikrotropfen konz. Salpetersäure unter Erwärmen gelöst und die Lösung am Ende des Stäbchens langsam und vorsichtig eingedampft. Zur Abscheidung des störenden Zinns als Metazinnsäure wird nochmals mit 2 n Salpetersäure befeuchtet und erneut eingedampft. Die letzten Reste Säure werden durch kurzes, vorsichtiges Räuchern mit Ammoniakdampf neutralisiert. Der Rückstand wird unter gleichzeitiger Maskierung des die Bleibestimmung ebenfalls störenden Kupfers mit Nickelkomplexonatlösung [2 g $Ni(NO_3)_2 \cdot 6\,H_2O$ und 2,55 g Dinatriumäthylendiamintetraacetatdihydrat in 50 ml Wasser lösen und mit verd. Ammoniak auf p_H 3 bringen] aufgenommen. Der erhaltene blaue Probetropfen wird in eine Capillarpipette gebracht und das Stäbchen mit 1 oder 2 kleinen Tropfen Nickelkomplexonatlösung kurz nachgespült (bis zur Pipettenstrichmarke). Die Lösung wird sodann durch Aufpressen der glatten Seite von Filterkarton (Schl. & Sch., Selecta Nr. 601) auf das geschliffene untere Ende der Capillarpipette vom Papier sehr langsam innerhalb 3—10 min aufgesaugt. Das Papier ist zur Fixierung und Anreicherung des Bleis als Bleisulfat vorher 1—2 min in einer Sulfatlösung (10 g $Na_2SO_4 \cdot 10\,H_2O$ + 10 ml konz. Salzsäure in 100 ml) gebadet und dann getrocknet worden. Nach kurzem Antrocknen in einem kühlen Luftstrom wird mit Pufferlösung (2,45 g Weinsäure und 1,21 g Natriumtartrat in 100 ml Wasser; p_H-Wert 2,8) wieder mittels einer gut geschliffenen Capillare sehr langsam nachgewaschen und erneut getrocknet. Auf die glatte Papierseite bringt man nun in größerem zeitlichen Abstand tropfenweise so lange frische 0,2%ige wäßrige Natriumrhodizonatlösung, bis die rauhe

Rückseite des Papiers deutlich gelborange gefärbt bleibt. Die Reaktion mit dem Bleisulfat verläuft sehr langsam. Zur Sichtbarmachung des schön rotvioletten Bleirhodizonats auf der Papierrückseite wird das überschüssige Natriumrhodizonat durch Aufbringen von Pufferlösung auf die glatte Seite des Papiers größtenteils ausgebleicht und gleichzeitig gegen den Rand des kreisrunden Tüpfelflecks gewaschen. Erst nach einiger Zeit bemerkt man die mehr oder minder deutliche, aber reine Farbe des Bleirhodizonats. Bis 0,001% Blei können in allen, auch zinn- und kupferreichen Legierungen nachgewiesen und bei geeigneter Ausführung auch quantitativ bestimmt werden. Das empfohlene Korundstäbchen kann im übrigen allgemein verwendet werden.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1960**, 973—982. Anorg. u. physikalisch-chem. Inst., Univ. Wien (Österreich). E. Bankmann

Tellur in Rohkupfer, in ungemünztem Silber und in reinstem Selen läßt sich nach K. Itsuki, A. Ide und A. Minehira[1] durch Rechteckwellen-Polarographie bestimmen. Das Tellur wird hierzu von Kupfer und Silber durch Fällung mit Eisen(III)-hydroxid, von Selen durch Verflüchtigen des Selens getrennt, dann wird in 1,5 n Phosphorsäure als Grundlösung polarographiert. Werden nicht zu große Probemengen verwendet, dann werden Ergebnisse erhalten, die mit Analysen nach der üblichen Polarographie mit Gleichstrom übereinstimmen, die Analysierzeit ist aber kürzer.

[1] Jap. Analyst **9**, 840—844 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Mitsubishi Metal Mining Co., Ltd., Osaka Refinery (Japan). K. Cruse

Zur schnellen Bestimmung von Kupferspuren in metallischem Silber und in Silbernitrat beschreiben W. Kemula, K. Brajter, S. Cieślik und H. Lipińska[1] eine Abänderung ihres früher angegebenen Verfahrens[2]. Die zu untersuchende Lösung passiert eine Säule mit dem stark sauren Kationenaustauscher Wofatit KPS-200 in der H-Form, wobei alle vorhandenen Kationen (Ag^+, Cu^{2+}, Fe^{3+} und Pb^{2+}) zurückgehalten werden. Beim folgenden Eluieren mit Salzsäure steigender Konzentration bleibt die Hauptmenge Silber als AgCl auf der Säule, kleine Anteile gehen aber als $AgCl_2^-$ und als kolloides AgCl in das Eluat gemeinsam mit den Gesamtmengen Eisen und Blei. Man läßt nun durch eine kurze Säule mit dem Anionenaustauscher Wofatit 150-L in der Cl-Form fließen, wobei Silber und Blei (als $PbCl_3^-$) zurückgehalten werden und nur Kupfer durchfließt. Durch schließliche polarographische oder colorimetrische Bestimmung können 0,002—0,1% Cu auf ± 5% genau in metallischem Silber oder in $AgNO_3$ erfaßt werden. — *Ausführung.* Man löst 1 g Silber in Salpetersäure, verdampft zur Trockne, löst den Rückstand in Wasser und gibt die Lösung auf die Säule auf, die 5 g Wofatit KPS-200 (Korngröße 0,06—0,075 mm) enthält und die vorher mit Salzsäure (1:1) und anschließend mit Wasser bis zur neutralen Reaktion gewaschen worden ist. Die Säulendimensionen sind 0,7 cm ∅ und etwa 15 cm Höhe. Nach Durchfluß der Lösung wäscht man nacheinander mit 30 ml 1,2 n-, 35 ml 2,4 n- und 20 ml 4,8 n Salzsäure. Das Eluat passiert die kurze Anionitsäule (0,5 cm ∅, 6 cm Höhe), die 0,5 g Wofatit 150-L enthält und vorher mit 4,8 n Salzsäure in die Cl-Form gebracht worden ist. Die Durchflußgeschwindigkeiten betragen durch die Kationitsäule 75 ml/Std und durch die Anionitsäule 150 ml/Std. — Zur polarographischen Cu-Bestimmung versetzt man das Eluat mit 35 ml konz. Ammoniak und mit Gelatine bis zur Endkonzentration 0,0025%, füllt mit Wasser auf ein bestimmtes Volumen auf und polarographiert von 0—0,8 V. Gemessen wird die Höhe der zweiten Stufe der Cu-Reduktion auf dem Polarogramm. — Zur colorimetrischen Cu-Bestimmung neutralisiert man das Eluat mit 17,8 ml konz. Ammoniak und gibt 60 ml einer Lösung

zu, die 2,5 g Gummi arabicum, 25 g Citronensäure und 735 ml konz. Ammoniak im Liter enthält. Es folgen die Zugabe von 20 ml 0,1%iger Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung, Auffüllen mit Wasser und Photometrieren mit dem Pulfrich-Photometer, Filter Nr. 2, gegen eine Lösung der Reagentien. Die Kupferkonzentration wird einer Eichkurve (Geraden) entnommen. — Zur Regenerierung wäscht man die Kationitsäule mit einem Lösungsgemisch von 0,5 n NaOH und 1 n NH_3, die Anionitsäule mit Ammoniak (1:1) und bringt dann mit Salzsäure wieder in die ursprünglichen Formen.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **4**, 855—861 (1959) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. anorg. Chem., Univ. Warschau (Polen). — [2] Kemula, W., K. Brajter, S. Cieślik u. H. Lipińska: Chem. analit. (Warszawa) **4**, 409 (1959); vgl. diese Z. **177**, 129 (1960). A. Kurtenacker

Silber in sehr reinem Gold kann nach M. Miyamoto[1] photometrisch mit Dithizon bestimmt werden. Man löst die Probe in Königswasser und extrahiert das Gold mit Essigsäureäthylester. Nach Reduktion des Goldes mit Hydroxylamin enthält die Lösung das gesamte Silber, das in üblicher Weise mit Dithizon bestimmt wird. Die untere Nachweisgrenze beträgt bei 1 g Einwaage 0,5 ppm. Eine Bestimmung dauert 4 Std.

[1] Jap. Analyst **9**, 869—873 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Nippon Mining Co., Ltd. (Japan). H. Specker

Für die Bestimmung kleiner Mengen Aluminium und Chrom in Magnesium, Calcium und Thorium bringt L. R. Pittwell[1] einige Ergänzungen zu einer früheren Veröffentlichung[2]. Bei dem Verfahren wird Aluminium zusammen mit Lanthan als Träger durch Ammoniak und Wasserstoffperoxid gefällt. Nach dem Glühen bei 1000° C wird von dem Niederschlag das Emissionsspektrum aufgenommen und aus den Intensitäten der Al-Linie bei 2568,0 Å und der La-Linie bei 2855,9 Å durch Vergleich mit Proben bekannten Aluminium- und Lanthangehalts die Menge an Al ermittelt. Nach mehrjähriger Erfahrung werden noch folgende Hinweise gegeben: 1. Bei Gegenwart von Nitrationen ist die Fällung des Lanthans unvollständig; Salpetersäure muß daher abgeraucht werden. Zur Analyse am besten geeignet ist Lanthanchlorid. 2. Die quantitative Fällung des Lanthans gelingt am besten aus stark saurer Lösung, es werden daher vor der Fällung 30 ml konz. Salzsäure zugegeben. Für je 10 g Magnesium wird die Lösung mit 10 g NH_4Cl versetzt. 3. Die Aufstellung der Eichkurven kann vereinfacht werden. 4. Mit 50 mg La können bei einer Einwaage von 10 g noch 0,1 ppm Al erfaßt werden. 5. *Chrom* läßt sich ebenso bestimmen, durch Vergleich der Intensitäten der Chromlinie 2835,6 Å mit der Lanthanlinie 2855,9 Å können noch 0,05 ppm ermittelt werden.

[1] Analyst **85**, 849—850 (1960). Dominion Magnesium Ltd., Plant Office Haley, Ontario (Canada). — [2] Appl. Spectroscopy **12**, 54 (1958). G. Denk

Die Bestimmung von Stickstoff in metallischem Calcium beschreibt C. den Tandt[1]. — *Arbeitsweise.* 1 g Probegut wird in einer besonderen Apparatur (Abbildung in der Originalarbeit) unter Argon durch Zugabe von 5 ml Salzsäure-Glyceringemisch [Salzsäure (1:3) mit der gleichen Menge doppelt dest. Glycerin vermischen], 15 ml Salzsäure (1:3) und dann noch Salzsäure (1:0,5) bis zur völligen Lösung versetzt, wobei sich nach der Gleichung $Ca_3N_2 + 6H_2O = 3Ca(OH)_2 + 2NH_3$ Ammoniak bildet. Nach einer Kjeldahl-Destillation (Abbildung in der Originalarbeit) wird mit Neßlers Reagens angefärbt und bei 450 nm photometriert. Verf. verwendet ein Beckman DU-Spektralphotometer. Die untere Nachweisgrenze des Bestimmungsverfahrens wird für eine 10 g-Einwaage mit 0,1 ppm angegeben;

durch Vergrößerung der Schichtdicke oder Auffangen des gebildeten Ammoniaks in einem kleineren Volumen als 100 ml kann sie weiter gesenkt werden. Die Genauigkeit des Verfahrens ist durch die Genauigkeit der Extinktionsmessung begrenzt; bis zu 200 μg Stickstoff/100 ml beträgt sie 4 μg.

[1] Mém. sci. Rev. Métall. **57**, 676—682 (1960). Inst. Sci. Nucléair., Brüssel (Belgien). S. ECKHARD

Magnesium und Aluminium in Zinklegierungen bestimmt L. BLOCH[1] komplexometrisch. Das Magnesium wird mit Ammoniumphosphat gefällt, der Niederschlag in Salzsäure gelöst, Phosphat durch einen Ionenaustauscher entfernt und Magnesium schließlich mit ÄDTA titriert. Außerdem wird ein gravimetrisches Verfahren für die Bestimmung des Aluminiums beschrieben. — *Arbeitsweise. Magnesium.* 10 g Probegut wird in bedecktem Becherglas mit 40 ml Salzsäure (D 1,19) und 60 ml Wasser gelöst. Bei Anwesenheit von Kupfer fügt man 20—30 Tr. Salpetersäure (D 1,4) zu, erhitzt und verkocht schließlich die nitrosen Gase. Nach dem Abkühlen gibt man 4 g Weinsäure zu, verdünnt nach deren Lösung auf 250 ml und neutralisiert mit etwa 15 ml Ammoniak. Nach Zugabe weiterer 90 ml Ammoniak erhält man eine klare Lösung, der man nach Abkühlung auf 10—20° C 4 g Diammoniumphosphat zufügt. Man rührt bis zur Kristallabscheidung und läßt 4 Std unter gelegentlichem Rühren, am besten aber über Nacht stehen. Man filtriert durch einen Porzellanfiltertiegel (Berlin 3 A 2) und wäscht mit verd. Ammoniak (8 ml Ammoniak + 92 ml Wasser), löst den Niederschlag mit einer Mischung von 8—9 ml warmer 0,5 n Salzsäure und 10 ml warmen Wassers und wäscht mit Wasser nach. Nach Abkühlung wird die Lösung auf die Ionenaustauschersäule (Dowex 1 X 8) gegeben und mit Wasser nachgewaschen. Das Eluat wird auf 25 ml eingeengt und nach Abkühlung mit 3 ml Pufferlösung nach SCHWARZENBACH[2] [70 g NH_4Cl + 640 ml Ammoniak (D 0,91)], 3 ml Ammoniak und 3 Tr. Indicatorlösung versetzt (1 g Eriochromschwarz T in 30 ml Wasser und 1 ml 1 n Sodalösung lösen und mit Isopropanol auf 100 ml auffüllen). Diese Lösung wird mit 0,02 n ÄDTA-Lösung auf den Farbumschlag von Violett auf Blau titriert. — *Aluminium.* 5 g Probegut werden in einem Gemisch von 20 ml Salpetersäure und 80 ml Wasser gelöst. Nach dem Verkochen der nitrosen Gase fügt man 5 g Ammoniumnitrat und 2 ml Schwefelsäure (1:1) zu, entfernt Cu und Pb durch Elektrolyse und füllt das Elektrolysat auf 500 ml auf, wovon 100 ml der Al-Bestimmung dienen. Man fügt 20 ml 50%iger Ammoniumnitratlösung zu und stellt mit Ammoniak auf p_H 3 ein (Kongopapier violett). Bleibt die Lösung nicht klar, gibt man einige Tropfen Salpetersäure zu. Nach dem Abkühlen gießt man in eine Lösung von 75 ml Wasser, 20 ml 50%iger Ammoniumnitratlösung und 10 ml Ammoniak (bei der zweiten Fällung nur 8 ml Ammoniak anwenden) ein. Gespült wird dabei mit angesäuerter 10%iger Ammoniumnitratlösung (3—4 Tr. Salzsäure/100 ml). Man bringt auf 80° C (nicht höher), filtriert durch ein mit der Spülflüssigkeit angefeuchtetes Filter (Whatman Nr. 40) und wäscht mit der gleichen Flüssigkeit. Der Niederschlag wird mit 100 ml warmer Salzsäure (2:3) oder 105 ml Salpetersäure (1:2) gelöst, die Lösung mit 35 ml Ammoniak auf p_H 3 gebracht und die Fällung wie vorher wiederholt. Dieses Filter wird dann getrocknet, verascht und gewogen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **23**, 233—239 (1960). H. J. van der Rijn, N. V. Res. Lab., Naarden (Holland). — [2] SCHWARZENBACH, G.: Die komplexometrische Titration. Die chemische Analyse, Bd. 45. 2. Aufl. Stuttgart 1956.
S. ECKHARD

Für die Spektralanalyse von Hüttenaluminium haben T. TÖRÖK, O. SZAKÁCS und Z. L. SZABÓ[1] Versuche mit schraubenförmig rotierenden Elektroden mit dem Zweck angestellt, die durch den Funken oder Bogen verursachte physikalische

und chemische Veränderung der Probe zu vermeiden. Die zylindrischen Stäbe rotierten mit einer Drehzahl von 3,7—100/min in Luft, Stickstoff- bzw. Sauerstoffschutzgas. Auf Grund früherer günstiger Erfolge wurden polarisierte Wechselstrombogenanregung und kegelförmige Kohlen-Gegenelektroden verwendet. Bei anodisch geschalteten Proben ist die Intensität der Linien stets größer als bei kathodischer Schaltung. Große Umdrehungsgeschwindigkeit ist nicht günstig, weil sie die Intensität der Linien schwächt. Eine geringe Änderung der Umdrehungszahl ist ohne Einfluß. Bei Entladungen in Luft sind die intensivsten Linien erhältlich, ihre Stärke nimmt in Stickstoff- und noch stärker in Sauerstoffschutzgas ab. Durch das Schraubenelektroden-Verfahren kann die Empfindlichkeit nicht erhöht werden, wohl aber die Reproduzierbarkeit.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **66**, 487—490 (1960) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.-fass.) Inst. anorg. analyt. Chem., Univ. Budapest (Ungarn). I. Plank

Um die flammenphotometrische Bestimmung kleiner Alkalimengen in Aluminium ausführen zu können, untersuchten E. Pungor und E. Zapp[1] die Wirkung hoher Aluminiumkonzentration auf geringe Alkalimengen. Aluminium vermindert in ansteigender Konzentration die Emission von Lithium, Natrium und Kalium; die Störung ist nur bei einer Natriumkonzentration von 10^{-4} Ionengewicht Na/l neben $5 \cdot 10^{-1}$ Ionengewicht Al/l bedeutend. Von den verschiedenen Möglichkeiten zur Beseitigung der Störung hat sich die Additionsmethode bewährt, da bei den hier vorkommenden kleinen Konzentrationen die Eichlinien annähernd gerade sind. Mit dieser Methode konnten 10^{-3} bis 10^{-4} % Natrium bzw. Kalium gemessen werden. Aus einem Aluminiumblech, welches beim Walzen blasig wurde, konnte in aus einer schadhaften Stelle entnommener Probe 0,01 μg Alkali/ml neben 16 mg Aluminium/ml bestimmt werden.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **66**, 523—525 (1960) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.-fass.) Inst. anorg. anal. Chem., Univ. Budapest (Ungarn). J. Plank

0,3—2% Eisen in Aluminiumlegierungen lassen sich nach einer Methode von N. Tajima und M. Kurobe[1] in 30 min auf $\pm 0{,}01$% genau bestimmen. Man löst 1 g der Probe in 20 ml Salzsäure (1:1), erhitzt mit 2—3 ml Salpetersäure, filtriert die Kieselsäure ab, setzt zum Filtrat das gleiche Volumen an Salzsäure zu und extrahiert mit 20 ml Methylisobutylketon das Eisen. Man wäscht die organische Phase zur Entfernung des Kupfers mit Salzsäure (1:1), nimmt das Eisen in Wasser auf, puffert die Lösung mit Essigsäure-Natriumacetat auf p_H 2,2—2,8 und titriert bei 40° C mit 0,05 m ÄDTA-Lösung unter Verwendung von Salicylsäure als Indicator.

[1] Jap. Analyst **9**, 798—800 (1960) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Toyoda Automatic Loom Works, Ltd.(Japan). Klaus Brodersen

Über die spektralphotometrische Bestimmung von Zirkonium in Uran-Plutonium-Legierungen (Fissium) als Zink-Alizarin-Farblack berichten R. F. Buchanan, J. P. Hughes und C. A. A. Bloomquist[1]. Die typische Zusammensetzung der untersuchten Legierungen ist durch folgende Zahlen gekennzeichnet: U 50—75, Pu 20—40, Zr 0,05—4,5, Mo 1,25—6,0, Ru 1,25—6,0, Rh 0,25—0,9, Pd 0,7—2,5%. Die Abtrennung von Pu und einem Teil des Pd geschieht in einer Anionenaustauschersäule. Ru wird durch Abrauchen mit Perchlorsäure entfernt. U und Mo stören in den vorkommenden Gehalten nicht. — *Arbeitsweise.* Das Probegut wird in 6 n Salzsäure, Wasserstoffperoxid und 1—2 Tr. 1n Flußsäure gelöst und aufgefüllt. Ein aliquoter Teil entsprechend 40—100 μg Zr wird mit Salpeter-

säure auf 10 n Säurekonzentration gebracht und über Nacht stehen gelassen. Die mit Dowex 1 X 10 (200—400 mesh, Chloridform) beschickte Austauschersäule (6×60 mm) wird 5—6mal abwechselnd mit 5 ml 10 n Salpetersäure und Wasser, zuletzt mit 10 n Salpetersäure gewaschen und dann mit der Probenlösung beschickt (Ausflußrate 1—2 ml/min). Ausgewaschen wird die Säule mit 25—30 ml 10 n Salpetersäure (Ausflußrate 6 ml/min absaugen!). Die α-Aktivität des Eluats wird gemessen (bis zu 60 μg Pu stören nicht); dann wird es auf 5—10 ml eingeengt, abgekühlt und mit 5 Tr. Perchlorsäure versetzt. Man läßt 5 min rauchen, kühlt ab, fügt 0,2 ml konz. Salpetersäure zu, läßt 20—30 min in der Hitze einwirken, kühlt wieder ab, überführt in einen 25 ml-Meßkolben und verdünnt auf etwa 15 ml. Dann fügt man 5 ml 0,0125%ige Natriumalizarinsulfonatlösung zu, schüttelt, füllt auf und läßt $1^1/_2$ Std stehen. Man photometriert schließlich in 1 cm-Corex-Zellen gegen 0,12 n mit dem Farbreagens versetzte Salpetersäure bei 520 nm. Die Farbtiefe ist für mehrere Stunden konstant.

[1] Talanta (London) **6**, 100—104 (1960). Argonne Nat. Lab., Lemont, Ill. (USA).
S. Eckhard

Die Bestimmung einiger Spaltprodukte in bestrahltem Plutonium wird von J. W. T. Meadows, G. M. Matlack und G. B. Nelson[1] beschrieben. Nach Lösen der bestrahlten Metallscheibchen (100 mg) in Salzsäure wird eine Stammlösung von 1 mg Pu/ml hergestellt, von der aliquote Anteile für die Bestimmung der einzelnen Spaltelemente abgenommen werden. Bei der *Zirkoniumbestimmung* läßt sich durch wiederholte Fällungen des Zr als Hydroxid und Tetrabrommandelat sowie durch Zwischenschaltung von Te-scavenger-Fällungen ein α-Dekontaminierungsfaktor von 10^7 bei einer chemischen Zr-Ausbeute von 70—80% erreichen. Zur *Abtrennung des Niobs* wird die Fällung von Nb_2O_5 aq. mit der Tributylphosphat-Extraktion kombiniert; die besonders störenden Te- und Sb-Isotope können durch scavenger-Fällungen von CuS und Te-Metall entfernt werden. Bei einer chemischen Nb-Ausbeute von 60—80% wird durch die Reinigungsoperationen ein α-Dekontaminierungsfaktor von etwa 10^6 erzielt. *Ruthenium* wird durch Extraktion des RuO_4 bei p_H 4 in CCl_4 isoliert und zur Aktivitätsmessung als Hydroxid gefällt; die Methode erlaubt ein schnelleres Arbeiten als die klassische Ru-Destillation und bringt Ru-Ausbeuten von 95% bei einem α-Dekontaminierungsfaktor von 10^5. *Rhodium* wird nach Fällung als Jodid an Dowex 50 X 2 adsorbiert und mit 3 n Salzsäure wieder eluiert; durch zwei anschließende Fällungen als Kalium-Rhodiumnitrit wird ein radiochemisch reines Präparat in einer Ausbeute von etwa 70% erhalten, das nur noch etwa 10^{-4}% der ursprünglichen α-Aktivität enthält. Zur Bestimmung von *Neodym* und *Praseodym* werden zuerst Pu und Am durch Adsorption an Dowex 1 aus Rhodanidlösung abgetrennt, dann die Seltenen Erden durch wiederholte Fluorid- und Hydroxidfällungen von den übrigen Spaltelementen isoliert und schließlich durch fraktionierte Elution von Dowex 50 mit 1 m Milchsäure bei p_H 3,15[2] aufgetrennt. Die chemische Ausbeute beträgt für Nd und Pr 30—50% bei einem α-Dekontaminierungsfaktor von 10^6. — Die einzelnen Abtrennungsoperationen sind im Original ausführlich beschrieben.

[1] Talanta (London) **6**, 246—253 (1960). Los Alamos Sci. Lab., Los Alamos, N. M. (USA). — [2] Mayer, S. W., u. E. C. Freiling: J. Amer. chem. Soc. **75**, 5647 (1953).
K. H. Neeb

Für die polarographische Bestimmung von Spuren Cadmium und Blei in Indiummetall benutzen M. Ishibashi, T. Fujinaga und A. Saito[1] die Wechselstrompolarographie nach Breyer und Mitarb.[2]. Sie geben eine Schaltung (Skizze siehe Originalarbeit) an, die die Kompensation des Ladestroms in ähnlich einfacher Weise wie bei einer Wechselstrombrückenmethode erlaubt. Das Indium

wird in perchlorsaurer Lösung an der Quecksilbertropfelektrode irreversibel reduziert, verursacht so kein Maximum in der Stromspannungskurve und stört mithin nicht. Cadmium und Blei liefern im gleichen Trägerelektrolyten reversible Elektrodenreaktionen und können ohne vorherige Abtrennung auch in Spuren bestimmt werden (0,001% und mehr). — *Arbeitsweise.* 0,5—1 g Probegut wird mit 4—8 ml 30%iger Perchlorsäure und 5 Tr. konz. Salpetersäure versetzt und unter langsamem Erwärmen gelöst. Man läßt die Perchlorsäure rauchen, gibt von ihr erneut 1—2 ml zu und raucht nochmals ab. Danach überführt man in einen 10 ml-Meßkolben und füllt mit 1 m Perchlorsäure auf. Mit einem aliquoten Anteil dieser Lösung wird das Wechselstrompolarogramm von −0,3 bis −0,8 V aufgenommen (m = 1,002 mg/sec, t = 3,70 sec bei 25° ± 0,1° C). Die Analysenergebnisse der Verff. stehen in guter Übereinstimmung mit solchen, die durch Gleichstrompolarographie bei vorhergehender Extraktion des Indiums nach F. A. Pohl und W. Bonsels[3] gewonnen wurden.

[1] Collect. czechoslov. chem. Commun. **25**, 3387—3390 (1960). Chem. Inst., Fac. sci., Univ. Kyoto (Japan). — [2] Breyer, B., F. Gutman u. S. Hacobian: Australian J. Sci. Res. **A 3**, 558 (1950). — Discussions Faraday Soc. **1**, 19 (1947). — Vgl. auch Breyer, B., F. Gutman u. H. H. Bauer: Österr. Chem.-Ztg. **57**, 67 (1956); vgl. diese Z. **153**, 275 (1956). — [3] Diese Z. **161**, 108 (1958). S. Eckhard

Ein Schnellbestimmungsverfahren für Blei neben Zinn und Zink in Legierungen gründet M. Hoffman[1] auf die Fällung als Bleichromat in Gegenwart von Citronensäure bei p_H 7,2—7,6. Die Citronensäure dient zum Maskieren des Zinns. Das anfangs gelbe Bleichromat geht beim Erwärmen in seine rotgefärbte, grobkörnige Modifikation über, die sich rasch filtrieren und gut waschen läßt. Sie ist nach Feststellung des Verf. reines $PbCrO_4$. Der Niederschlag wird gelöst und auf die übliche Art jodometrisch verarbeitet. Bei der Fällungsreaktion stören Cu, Sn, Zn, Fe und Bi nicht; die Bestimmung versagt aber in Gegenwart von Mn, da dieses die Reduktion des Chromats zur Folge hat. Das auf etwa 0,5% genaue Verfahren ist rasch (in etwa 20 min) ausführbar. Es eignet sich besonders zur Bleibestimmung in Bronzen und Kupferlegierungen; zur Erfassung von Spurenmengen Blei ist es aber ungeeignet. — *Ausführung.* Etwa 1 g des zu untersuchenden Materials (Bronze, Kupferlegierung) wird unter Erwärmung in einem Gemisch von 10 ml Salpetersäure (D 1,4) und 10 ml 30%iger Citronensäurelösung gelöst. Man gibt dann bei fortgesetztem Erwärmen zunächst konzentriertes, später 1:1 verdünntes wäßriges Ammoniak zu, bis die dunkelblaue Färbung der Reaktionsflüssigkeit (bei p_H 7,2—7,6) gerade in Violettblau umschlägt (der Farbumschlag ist bei Beobachtung der Flüssigkeit gegen einen weißen Hintergrund gut erfaßbar). Dann wird die Lösung wieder zum Sieden gebracht, je nach dem Bleigehalt mit 20—50 ml 0,5%iger Kaliumdichromatlösung versetzt und etwa 5 min weiter im Sieden erhalten, bis das Bleichromat in seine rotgefärbte Modifikation übergegangen ist. Wird eine kolloide, graugrüne Fällung erhalten, dann hat die zugefügte Citronensäuremenge zur vollständigen Maskierung des Zinns nicht ausgereicht. Nach dem Kühlen filtriert man den kristallinen Niederschlag in eine Fritte 3 G4, wäscht 7mal mit kleinen Portionen 5%iger Ammoniumacetatlösung und löst dann den Niederschlag auf dem Filter in 50—70 ml Chloridlösung (1 Liter gesätt. Kochsalzlösung + 100 ml konz. Salzsäure + 150 ml Wasser). Das Filtrat samt zwei Portionen Waschwasser wird in dem Fällungskolben mit 10 ml 10%iger Kaliumjodidlösung versetzt und auf die übliche Art mit Thiosulfatlösung titriert. 1 ml 0,1 n Thiosulfatlösung entspricht 0,6907% Pb.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **5**, 715—722 (1960) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Metallurgische Werke „Pomet", Poznań (Polen). M. Hřivnáč

Namen- und Sachverzeichnis des 183. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Ablov, A. V., und D. G. Batyr, Volumetrische Bestimmung von Zukkern 447

Adam, A. R., R. Syputa und W. E. Stephenson, Titrimetrische Bestimmung von in wasserfreiem Ammoniak gebundenem Kohlendioxid 456

Adams, D. F., Automatischer Fluorwasserstoff-Monitor 217

Adams, R. N., siehe Mueller, T. R., sowie Walker, D. E.

Adamski, L., siehe Józefowicz, K.

Agarwala, V. S., siehe Singh, D.

Ahrland, S., I. Grenthe und B. Norén, Ionenaustausch-Eigenschaften von Silicagel 302. — Bestimmung von Plutonium und Spaltprodukten 365

Akihama, S., siehe Uno, T.

Alha, A. R., V. Tamminen, A.-L. Mukula, E. Levonen, A. Ruohonen und E. Salomaa, Infrarotspektroskopie bei Vergiftungsfällen 160

Alimarin, I. P., A. P. Golovina und V. G. Torgov, Photometrische Bestimmung von Gallium und Indium 366

Alimova, E. K., und G. D. Bolgova, Trennung von Fettsäuren 443

Almažan, V. V., siehe Weisz, H.

Alonzo, N., siehe Rapport, M. M.

Amaral, J. R., siehe Feigl, F.

Analytical Methods Committee, Bestimmung von Spuren Arsen in organischen Substanzen 69

Anastassiadis, P. A., Berechnungen bei colorimetrischen Bestimmungen mit großer Schwankungsbreite 287

Anders, E., Radiochemistry of Technetium 284 [L]

Andersen, O. S., K. Engel, K. Jørgensen und P. Astrup, Bestimmung des p_H-Wertes, des Kohlendioxidpartialdruckes, des Basenüberschusses und von Standard-Hydrogencarbonat im Capillarblut 232

Anderson, R. R., und J. P. Mixner, Bestimmung von Phenolsulfonphthalein in Plasmaproben von Rindern 240

Andreu, R. G., siehe Burriel-Martí, F.

Andrews, L. W., Titration von Jodid 59

Anger, V., Tüpfelreaktionen von Nitrobenzolderivaten 211

Antonacopoulos, R., Apparat zur quantitativen Destillation wasserdampfflüchtiger Stoffe 303. — Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl 303

Antoszewski, R., und J. S. Knypl, Tüpfelnachweis von Phosphatspuren auf imprägniertem Papier 54. — Siehe auch Hłyńczak, A. J.

Archer, T. E., siehe Zweig, G.

Arfin, S. M., siehe Skipski, V. P.

Arikawa, Y., Colorimetrische Bestimmung von Aluminium 313

Ariyoshi, H., M. Kiniwa und K. Tōei, Bestimmung von Spuren Selen 435

Arizan, S., siehe Sterescu, M.

Arnold, J. R., siehe Merill, J. R.

Artigas, J., siehe Buscarós, F.

Asmus, E., Kritische Untersuchungen über die Grenzen der Anwendbarkeit der Methode der kontinuierlichen Variationen nach Job. I. Teil 321 [Or]. — Kritische Untersuchungen über die Grenzen der Anwendbarkeit der Methode der kontinuierlichen Variationen nach Job. II. Teil 401 [Or]

Astrup, P., siehe Andersen, O. S., sowie Mellemgaard, K.

Atchley, W. A., siehe Grunbaum, B. W.

Auerbach, M. E., siehe Kelly, C. A.

Axelrod, L. R., und J. E. Pulliam, Nachweis von funktionellen Gruppen am Steroidmolekül 399

Ayres, G. H., und F. L. Johnson jr. Bestimmung von Rhodium mit sym.-Diphenylcarbazon 62

Baba, S., siehe Nagase, Y.

Babko, A. K., und V. P. Marčenko, Bestimmung von Bor im Stahl mit Brillantgrün 391

Bach, B. B., und J. T. Francis, Bestimmung von Zirkonium in komplexen Nickellegierungen 223
Bag, S. P., siehe Majumdar, A. K.
Bailey, R. W., und E. J. Bourne, Papierchromatographie von Zuckern 448
Baker, E. A., siehe Skerrett, E. J.
Balázs, L., siehe Pungor, E.
Ballczo, H., Bestimmung von Blei in urgeschichtlichen Legierungen 458
Bando, T., siehe Ueno, Y.
Banerjea, D., und B. Chakravarty, Amperometrische Bestimmung von Kupfer mit Salicylamidoxim 48
Banerjee, D., siehe Chatterjee, P. K.
Banerjee, S., siehe Das, J.
Bard, A. J., Coulometrische Bestimmung von Zinn 369
Bardenštejn, S. B., siehe Kolbasov, V. I.
Barnard, D., M. B. Evans, G. M. C. Higgins und J. F. Smith, Analyse von Thiosulfonaten 205
Barrachina-Gómez, M., und L. Gascó Sánchez, Fluorbestimmung in Uran- und Thoriumfluorid durch alkalische Hydrolyse 229
Bartík, M., und J. Kupka, Polarographische Bestimmung von Nitrat in biologischem Material 234. — Verwendung von Sulfosalicylsäure zur Eiweißfällung bei der polarographischen Bestimmung von Chloriden in biologischem Material 236
Bartkiewicz, S. A., und J. W. Robinson, Bestimmung geringer Fluoridgehalte in Flüssigkeiten 380
Bartos, J., siehe Pesez, M.
Basińska, H., und A. Bukowska, Maßanalytische Bestimmung von Quecksilber(I)-ionen 312
Basińska, H., und K. Orylska, Bestimmung von Wismut und Thorium 376
Basińska, H., und Z. Orylski, Natrium- und Lithiumcyanoferrat(II) zur Bestimmung von Wismut 55
Basińska, H., u. K. Przybyszewska, Bestimmung von Thorium 376. — Bleibestimmung 370
Baškirceva, A. A., und L. D. Prudnikova, Volumetrische Analyse von Aluminatlösungen 313
Bastin-Merkeman, M. J., und H. G. Dietz, Analyse aus Gemischen von Phenol, Kresolen, Äthylphenolen und Xylenolen 211
Batyr, D. G., siehe Ablov, A. V.
Bauschinger, C., Bestimmung der Treibgas- und Alkohol-Wirkstoffe in Aerosol-Dosen 457
Becker, A., und A. Kathriner, Wasserfreies Aluminiumchlorid in organischen Lösungsmitteln als neues Reagens zur quantitativen Analyse organischer Verbindungen (Vorläufige Mitteilung) 356 [Or]
Behrens, U., U. Ringpfeil und A. Gabert, Analyse von Schwelwasser von der Hochtemperaturverkokung von Braunkohle 140
Beljaeva, V. K., siehe Marov, I. N.
Bellen, Z., Aldehydbestimmung auf Grund der Oxydation mit Silberoxid 206
Belski, B., siehe Piotrowski, A.
Benkö, I., und K. Ujhidy-Farkas, Lösungsspektralanalyse mittels rotierender Graphitscheibe 285
Berezin, B. D., und L. G. Pogodina, Anwendung und Wirkungsweise von Phloroglucin als Indicator bei der mercurimetrischen Bestimmung von Chlorionen in stark salpetersaurer Lösung 380
Berg, H., und H. Schweiss, Quantitative polarographische Radikalbestimmung 452
Berg, H., und H. Triebel, Chromatopolarographie in leitsalzfreien Lösungsmitteln 133
Bergamini, C. und G. Rapi, Trennung von Alkalimetallen 47.
Berka, A., V. Dvořák, I. Němec und J. Zýka, Oxydation verschiedener Elemente mit einer wäßrigen Lösung von Bleitetraacetat 132
Bermejo-Martínez, F., und H. Ganalons-Bori, Bestimmung von Kalium in Blutserum und Pflanzenmaterial 47
Bermejo-Martínez, F., M. Paz-Castro und R. Rey-Mendoza, Bestimmung verschiedener Metalle in Rohr- und Rübenzuckermelasse 148
Beyermann, K., Zur colorimetrischen Bestimmung von Rheniumspuren 91 [Or]. — Die röntgenfluorimetrische und aktivierungsanalytische Brombestimmung in biologischem Material 199 [Or]
Bhat, A. N., und B. D. Jain, Anwendbarkeit von 3-Acetyl-4-hydroxycumarin zur spektralphotometrischen Bestimmung von Eisen(II) 59
Bhatacharya, A. K., siehe Subbanna, V. V.

Biglino, G., Bestimmung der Tabakalkaloide durch Gegenstromverteilung 80
Bishara, S. W., siehe Khalifa, H.
Bishop, E., Differentielle elektrolytische Potentiometrie 131. — Apparatur zur differentialelektrolytischen potentiometrischen Titration von Hydrazin mit elektrolytisch erzeugtem Brom 293
Bitovt, Z. A., siehe Gusev, S. I.
Bloch, L., Bestimmung von Magnesium und Aluminium in Zinklegierungen 461
Bloomquist, C. A.A., siehe Buchanan, R. F.
Blum, R., siehe Miller, G. L.
Bobák, A., siehe Šingliar, M.
Bohm, E., Nachweis von Diphenyl und o-Hydroxy-phenyl-phenol in den Schalen von Citrusfrüchten 388
Bolgova, G. D., siehe Alimova, E. K.
Bose, S., Jodoformbestimmung durch Photooxydation 208. — Siehe auch Verma, R. M.
Boulet, M., siehe Marier, J. R.
Bourne, E. J., siehe Bailey, R. W.
Bowden, C. H., W. F. MacLagan und J. H. Wilkinson, Nachweis von anorganischen und organischen jodhaltigen Verbindungen auf Papierchromatogrammen 437
Bowen, H. J. M., Bestimmung von Wolfram in Blutserum und Pflanzenmaterial 235
Bowen, J. E., siehe Gedansky, S. J.
Boyes jr., G. W., J. B. Ramsay und R. T. Phelps, Spektrochemische Analyse von „Fissium" auf Cer und Lanthan 218
Bożyk, Z., und H. Goch, Bestimmung von Vitamin C 77. — Siehe auch Krauze, S.
Brace, R. O., siehe Stewart, J. E.
Brajter, K., siehe Kemula, W.
Brandenstein, M., I. Janda und E. Schroll, Emissionsspektrographische Bestimmung geringster Borgehalte in Reaktorgraphiten 221
Brandstätter-Kuhnert, M., und J. Obkircher, Eignung der Koflerschen thermomikroskopischen Methoden zur Analyse von Dreistoffgemischen 300
Brandt, W. W., siehe Wise, W. M.
Brice, B. A., A. Turner jr. und J. W. White jr., Klassifizierung der Honigfarbe 71
Brida, J., siehe Šingliar, M.
Brite, D. W., Verwendung des Beckman-Spektralphotometers 140
Brodsky, J., Monomerenbestimmung in Latices 143
Brooks, R. R., Bestimmung von Gold, Wismut, Zink und Cadmium in Meerwasser 458
Brunner, J. R., siehe Wynn, J. D.
Buchanan, D. L., und R. T. Markiw, Trennung von Aminosäuren an Ionenaustauschern 238
Buchanan, R. F., J. P. Hughes und C. A. A. Bloomquist, Bestimmung von Zirkonium in Uran-Plutonium-Legierungen 462
Buchanan, R. F., J. P. Hughes, J. J. Hines und C. A. A. Bloomquist, Bestimmung von Stickstoff, Americium, Neptunium und Uran in ppm-Mengen in reinem Plutonium 220
Buděšínský, B., und J. Körbl, Bestimmung von Acetal-, Ketal- und Vinyläther 206
Bürger, K., Nachweis und Bestimmung von Organozinnverbindungen 438
Bukowska, A., siehe Basińska, H.
Burriel-Martí, F., und R. G. Andreu, Bestimmung von Zink mit Dithizon 311
Burtin, J.-F., siehe Pesez, M.
Burton, A. L., siehe Miller, G. L.
Buscaróns, F., J. Artigas und C. Rodriguez-Roda, Indirekte Bestimmung von Thioglykol-, Thiomilch- und Thioäpfelsäure 212
Busev, A. I., und V. G. Tipcova, Bestimmung von Gallium durch Fällung mit Diantipyrylpropylmethan 366
Busse, M., Methylenblau-Reduktionsprobe zur Qualitätsbestimmung von Milch 386
Bussière, P., L. Gavet und P. Rochas, Bestimmung von Carboxylgruppen in oxydierter Cellulose 448
Butler, D., siehe Higson, H. G.
Butler, L. R. P., siehe Strasheim, A.
Buza, D., siehe Woliński, J.
Bykova, L. N., siehe Krešков, A. P.

Campbell, J. E., siehe Murthy, G. K.
Candeli, A., A. J. Lindsey und K. Persaud, Bestimmung von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen in Tabakrauch 155
Capizzi, F. M., siehe Giuffrè, L.
Carazzolo, G. A., siehe Leghissa, S.
Cavasino, F. P., siehe Maggio, F.
Ceaușescu, D., Rasche titrimetrische Bestimmung von Sulfation im Wasser

ohne vorherige Entfernung störender Kationen 39 [Or]
Čelap, M. B., und H. Weisz, Ringofentüpfelcolorimetrie für halbquantitative papierchromatographische Bestimmungen 130. — Siehe auch Weisz, H.
Cellinskaja, T. F., N. I. Zajceva und V. A. Grigor'ev, Bestimmung von Kobaltcarbonyl in Kohlenwasserstofflösungen 138
Čen, Yuan-Pan, siehe Kolosova, G. M.
Centanni, F. A., A. M. Ross und M. A. DeSesa, Fluorimetrische Uranbestimmung 51
Cerkovnickaja, I. A., A. I. Kalinin und Ju. V. Moračevskij, Bestimmung von Gallium durch Titration mit Kupferronlösung 365
Cerletti, P., und P. Ipata, Bestimmung von Riboflavin und seiner Coenzyme in tierischen Geweben 159
Česnokov, O. F., und V. S. Suchnevič, Spektralanalytische Bestimmung von Selen in pulverförmigen Proben 378
Chakravarty, B., siehe Banerjea, D.
Charlot, G., siehe Delahay, P.
Chatterjee, P. K., D. Banerjee und A. K. Sircar, Bestimmung von Schwefel in Gegenwart von Vulkanisationsbeschleunigern, z. B. Mercaptobenzthiazol 377
Chevalier, E. C., und W. C. Purdy, Bestimmung von Thioäthanolamin und dem entsprechenden Disulfid 441
Chialda, I., siehe Vasiliev, R.
Chrenkova, T. M., siehe Pavlova, M. I.
Chulkaratana, S., siehe Papariello, G. J.
Chulski, T., siehe Nelson, E.
Ciecierska-Stokłosa, D., siehe Gorczyńska, K., sowie Walędziak, H.
Cieślik, S., siehe Kemula, W.
Ciuhandu, Gh., Bestimmung von Antimon 374
Clark, D. S., siehe Marier, J. R.
Clark, R. M., siehe Hackett, C. B.
Close, R. A., und T. S. West, Reagens zum Nachweis von Calcium 308
Cohen, J., siehe Norwitz, G.
Colehour, J. K., Trennung der Serumproteine durch Dichte-Gradient-Elektrophorese 236
Collins jr., W. R., siehe Welford, G. A.
Connolly, R. J., siehe Mader, W. J.
Cooke, W. D., siehe Reilley, C. N.
Corsini, A., und R. P. Graham, Bestimmung von Thorium mit 8-Hydroxychinaldin 50
Cousin, B., siehe Lévy, R.
Crossland, I., Chromatographische Bestimmung von Ascorbinsäure 78
Cruse, K., Wechselstrommethoden in der Chemie 133
Cullen, A. M., siehe Khachadurian, A.
Czakow, J., Spektralanalyse unter Verwendung des Einschüttlungsverfahrens 128
Czakow, J., Z. Radwan und B. Strzyżewska, Einschüttlungsverfahren zur Bestimmung von Uran in Erzen und Auslaugungsrückständen 129
Czarnecki, K., siehe Michalski, E.
Czerwińska-Fejgin, E., siehe Woliński, J.

Das, J., und S. Banerjee, Separation of Titanium and Uranium from other Elements by Tannin 42 [Or]
Davidovič, N. K., siehe Vladimirova, V. M.
Davidow, B., Bestimmung von DDT 71
Davis, D. G., Bestimmung von Kupfer(I) mit Tetraphenyloborat 49
DDT-Panel, Bestimmung von DDT in Mehl und anderen Nahrungsmitteln 71
De, A. K., siehe Khopkar, S. M.
Debras-Guedon, J., siehe Zalessky, Z.
Delahay, P., G. Charlot und H. A. Laitinen, Einteilung der elektrochemischen Analysenverfahren 131
Dema, I., siehe Voicu, V.
Derzsi, E., siehe Ömböly, Cs.
DeSesa, M. A., siehe Centanni, F. A.
Desideri, P. G., siehe Pantani, F.
Desnoyer, M., Bestimmung von Isopropanol und Wasser in Aceton 137
Deutsche Kommission zur Vereinheitlichung der Untersuchungsmethoden für Milch, Milchprodukte und Molkereihilfsstoffe, Bestimmung von Kochsalz in Butter 387
Dey, A. K., siehe Sangal, S. P., sowie Singh, E. J. und Sinha, S. N.
Diehl, H., und J. Elingboe, Bestimmung von Calcium und Magnesium nebeneinander 309. — Siehe auch Lindstrom, F.
Dietz, H. G., siehe Bastin-Merkeman, M. J.
Dirscherl, A., und F. Erne, Kolbenverbrennung nach W. Schöniger zur Mikrobestimmung von Phosphor in organischen Substanzen 68

Dobkina, B. M., siehe Notkina, M. A.
Doležal, J., siehe Roubalova, D.
Doubek, M., siehe Otto, K.
Duke, J. F., und W. Stawpert, Trennung von Palladium von Niob oder Zirkonium 62.
Dunaevskaja, K. A., siehe Dziomko, V. M.
Dupcza, K., J. Kelemen, G. Vastagh und E. Zábrák, Ausführbarkeit pharmazeutischer Analysen in Gegenwart von Polyäthylenglykol-stearat 80
Dutt, N. K., Volumetrische Bestimmung von Wismut 376
Dutt, N.K., und K.P. Sen Sarma, Bestimmung von Palladium und seine Trennung von Nickel, Zink und Kupfer 384
Duyckaerts, G., siehe Sauvenier, G.
Dvořák, V., siehe Berka, A.
Dyer, F. F., and G. V. Leddicotte, Radiochemistry of Copper 284 [L]
Džagacpanjan, R. W., siehe Kolbasov, V. I.
Dziedzianowicz, W., und R. Olędzka, Flammenphotometrische und komplexometrische Bestimmung von Calcium in Kesselspeisewässern 390
Dziomko, V. M., und K. A. Dunaevskaja, Azoxyverbindungen zum Nachweis von Kationen 301

Earley, J. V., und T. S. Ma, Mikrobestimmung von Azo- und Diazoniumverbindungen sowie von Nitroarylhydrazinen 213
Ebihara, H., und K. Yoshihara, Darstellung von hochspezifischem Kupfer-64, Nickel-65 und Mangan-56 306
Edwards, C. H., siehe Gadsden, E. L.
Edwards, G. A., siehe Gadsden, E. L.
van Eekelen, M., siehe Emmerie, A.
Efimov, I. P., und V. M. Ivanov, Spektrophotometrische Titration von Erbium mit ÄDTA-Lösung 315
Egger, K., siehe Reznik, H.
Ehrmann, W., siehe Hecht, F.
ElGarhy, M., siehe Schönfeld, T.
Ellenburg, J. Y., siehe Feldman, C.
Ellingboe, J., siehe Diehl, H.
Emmerie, A., und M. van Eekelen, Bestimmung von Ascorbinsäure 78
Engel, K., siehe Andersen, O. S.
Epstein, J., siehe Yurow, H. W.
Ermakov, A. N., siehe Marov, I. N.
Erne, F., siehe Dirscherl, A.
Evans, L., siehe Patton, S.
Evans, M. B., siehe Barnard, D.
Everett, M. E., siehe Norwitz, G.

Fagerson, I. S., siehe Nawar, W. W.
Fairhall, A. W., Radiochemistry of Beryllium 284 [L]. — Radiochemistry of Magnesium 284 [L]
Fauconnier, P., Serienanalyse von Silber und Gold in Legierungen 218
Feigl, F. Tüpfelanalyse, Band I: Anorganischer Teil . Band II: Organischer Teil 283 [L]
Feigl, F., J. R. Amaral und D. Hague-nauer-Castro Katalytischer Tüpfelnachweis von Äther 442
Feigl, F., und D. Goldstein, Nachweis und Unterscheidung von Sulfdiazin und Sulfapyrazin in der Tüpfelanalyse 251 [Or]
Feldman, C., und J. Y. Ellenburg, Sibelektrode für die Spektralanalyse 128
von Fellenberg, Th., Bestimmung von Ascorbinsäure 78
Felsö, K., Spektralanalytische Filterpapierscheiben-Methode 286
Ferguson, J., siehe Lodge jr., J. P.
Fiedler, R. S., und C. H. Morgan, Bestimmung von Schwefeltrioxid neben Schwefeldioxid in Abgasen 455
Filippovič, Yu. B., Streubereich chromatographischer Bestimmungen 287
Fineman, I., und T. Westermark, Bestimmung kleiner Mangangehalte in Pulpe 143
Finston, H. L., siehe Forrest, J.
Fisher, D. J., siehe Kelley, M. T.
Fitelson, J., Qualitativer Nachweis von Vanille-Harz 74
Fodiman, Z. I., siehe Levin, A. S.
Folin, O., und H. Wu, Entfernung von Proteinen des Blutserums 47
Forrest, F. M., siehe Forrest, I. S.
Forrest, I. S., und F. M. Forrest, Urinfarbtest zum Nachweis von Phenothiazinverbindungen 156
Forrest, J., und H. L. Finston, Analyse von Wismut mit photoelektrisch arbeitendem Spektrometer 54
Forster, W. A., siehe Ince, A. D.
Forsythe, R. H., Bestimmung von natürlichen Farbstoffen in Eiern 74
Franc, J., und M. Wurst, Bestimmung aliphatischer Amine durch Gaschromatographie 205
Francis, J. T., siehe Bach, B. B.
Franke, G., Massenspektrometrische Kohlenwasserstoff-Gruppenanalyse von Benzinen 141
Free, A. H., siehe Myers, V. C.
Friedmann, Ch., siehe Schönfeld, T.
Fruchter, J., siehe Vasiliev, R.

Fujimori, E., siehe Maekawa, S.
Fujimura, K., siehe Funasaka, W.
Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.
Fujino, K., siehe Fujita, A.
Fujino, M., siehe Sakai, S.
Fujita, A., und K. Kimura, Bestimmung von Vitamin A-Alkohol und Vitamin A-Ester nebeneinander in Serum oder Milch 76
Fujita, A., K. Matsuura und K. Fujino, Bestimmung von Pyridoxin 387
Funasaka, W., T. Kojima und K. Fujimura, Trennung und Bestimmung von α- und β-Naphthalinsulfonsäure 449
Furman, N. H., siehe Reilley, C. N.

Gabert, A., siehe Behrens, U.
Gădeva, V., siehe Popoff, A.
Gadsden, E. L., C. H. Edwards und G. A. Edwards, Papierchromatographie verschiedener Vitamine 76
Ganalons-Bori, H., siehe Bermejo-Martínez, F.
Gardner, K., und K. C. Overton, Analyse herbicider Mischpräparate aus 4-Chlor-2-methylphenoxyessigsäure und 2,3,6-Trichlorbenzoesäure 152
ElGarhy, M., siehe Schönfeld, T.
Garzón-Ruipérez, L., Schnellanalyse von Silicaten und Eisenerzen 224
Gascó Sánchez, L., siehe Barrachina-Gómez, M.
Gasparič, J., Papierchromatographische Trennung und Identifizierung von Aminoanthrachinonen 453
Gasparič, Z., J. Kolšek und M. Perpar, Reinheitsprüfung verschiedener technischer Aminonaphtholsulfonsäuren 139
Gassmann, B., Problematik chemischer Vitaminbestimmungsmethoden 387
Gavet, L., siehe Bussière, P.
Gedansky, S. J., J. E. Bowen und O. I. Milner, Bestimmung von Phosphor in Erdölprodukten 395
Geiseler, G., siehe Schmalz, E. O.
Gentry, C. H. R., und L. G. Sherrington, Bestimmung von Zinn 394
Geske, D. H., Chronopotentiometrische Oxydation von Cycloheptatrien 294
Ghe, A. M., Trennung von Germanium und Antimon und Bestimmung von Antimon neben viel Germanium 52
Giuffrè, L., und F. M. Capizzi, Potentiometrische Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Titan 371
Glabisz, U., siehe Minczewski, J.
Glennon, W. E., siehe Miller, G. L.
Gloesener, E. Untersuchung von Chloroform verschiedenen Reinheitsgrades 443
Goch, H., siehe Bożyk, Z.
Goldberg, C. A. J., und A. C. Ross, Bestimmung von Hämoglobin A_2 durch Elektrophorese an Stärkegel 400
Goldsmith, H. A., siehe Rosen, M. J.
Goldstein, D., siehe Feigl, F.
Golovina, A. P., siehe Alimarin, I. P.
Goodyear, J. M., und N. R. Jenkinson, Bestimmung von Diäthylstilböstrol 157
Gorczyńska, K., H. Walędziak und D. Ciecierska-Stokłosa, Bestimmung von Spuren Vanadium und Eisen nebeneinander mit Benzhydroxamsäure 56. — Siehe auch Walędziak, H.
Gordon, L., siehe Takiyama, K.
Gotô, H., siehe Sudô, E., sowie Takeyama, S.
Gottschalk, G., Tartrat- und Citratpuffer 420 [Or]
Graf, L., siehe Rapport, M. M.
Graham, R. P., siehe Corsini, A.
Grashoff, W., siehe Keller, H.
Grecu, I., Bestimmung von Piperazin 216
Greenspun, R. B., siehe Kelley, E. G.
Grekov, A. P., und O. P. Švajka, Bestimmung von monosubstituierten 1,3,4-Oxadiazolen 453
Grenthe, I., siehe Ahrland, S.
Grigor'ev, V. A., siehe Cellinskaja, T. F.
Grimes, G., siehe Kipling, J. J.
Grimes, M. D., siehe Scott, R. L.
Grossfeld, J., und A. Miermeister, Abtrennung von Fettsäuren 70/71
Groth, D. P., siehe Jiang, N.-S.
Grove, E. L., siehe Ting, S. F.
Grunbaum, B. W., P. L. Kirk und W. A. Atchley, Mikroelektrophorese an Celluloseacetatmembranen 290
Gualandi, G., und O. Scaglioni, Chemisch-physikalische Methoden zur Untersuchung von Glas 228
Sen Gupta, J. G., Bestimmung von Platin mit o-Phenylendiamin 62
Gupta, P. C., Jodometrische Bestimmung von N-Methylthiocarbamiden 441
Gusarskij, V. V., und I. A. Kuzovlev, Quantitative Spektralbestimmung von Elementen 286.
Gusev, S. I., V. I. Kumov und Z. A. Bitovt, Mikroskopischer Nachweis einiger zweiwertiger Kationen 308

Hackett, C. B., und R. M. Clark, Nachweis von Mononitrotoluolen in Explosivstoffen 154
Hädicke, K., Potentiograph 294
Haenel, H., Mikrobiologischer Nachweis von B-Vitaminen 387
Hänni, H., und W. Ritter, Prüfung von Amylalkohol auf seine Eignung als Reagens zur butyrometrischen Bestimmung von Fett nach Gerber 385
Hager, R. B., siehe White jr., J. W.
Haguenauer-Castro, D., siehe Feigl, F.
Hahn, F. L., Potentiometrische Titrationen: Ein Abschluß 275 [Or]
Haidle, C. W., und S. G. Knight, Nachweis von 2-Heptanon und anderen Ketonen 207
Haight jr., G. P., und V. Paragamian, Colorimetrische Bestimmung von Molybdat mit Brenzcatechin 58
Hall, M. E., und R. C. McNutt, Bestimmung von Tetraphthalsäure in Gemischen der Phthalsäureisomeren 452
Haller, H. L., siehe Schechter, M. S.
Hamaguchi, H., J. Hashimoto, K. Hosohara und Y. Narusawa, Neutronen-Aktivierungsanalyse zur Polarographie von Holmium 50
Hamilton, J. B., siehe Haslam, J.
Hands, G. C., Bestimmung von Nitrobenzoldampf in der Luft 454
Hangos-Mahr, M., siehe Pungor, E.
Hannemann, W. W., C. F. Spencer und J. F. Johnson, Schmelzen von Salzmischungen als flüssige Phasen in der Gaschromatographie 288
Hanselman, R. B., und L. B. Rogers, Coulometrische Titration bei konstantem Strom 292
Haque, R., siehe Malik, W. U.
Harper, W. J., siehe Kennedy, H. E.
Haruki, T., Gaschromatographie unter vermindertem Druck 288
Hashimoto, J., siehe Hamaguchi, H.
Haslam, J., J. B. Hamilton und D. C. M. Squirrell, Bestimmung von Chlor nach der Sauerstoffkolbenmethode 69
Havlik, B. R., siehe Lodge jr., J. P.
Hayashi, M., siehe Unemoto, T.
Haycock, R. P., siehe Mader, W. J.
Hayes, R. A., siehe Schechter, M. S.
Hazel, J. F., siehe Swann, W. B.
Hearn, W. E., und R. Kinghorn, Qualitativer Nachweis von aromatischen Aminen 450
Hecht, F., und W. Ehrmann, Bestimmung von Thorium mit Oxin 51
Heinrich, B. J., siehe Scott, R. L.
Held, S., Bestimmung von Lanthan und Scandium in Granit 225
Henneberg, D., Eine Kombination von Gaschromatograph und Massenspektrometer zur Analyse organischer Stoffgemische 12 [Or]
Hennessy, D. J., A. M. Steinberg, G. S. Wilson und W. P. Keaveney, Fluorimetrische Bestimmung von Pyridoxin in Mehl und Brot 387
Heslinga, F. J. M., siehe Riemersma, J. C.
Hetman, J. S., Bestimmung von Nitroglycerin und Dinitroglykol 445
Hibbits, J. O., A. F. Rosenberg und R. T. Williams, Bestimmung kleiner Mengen Kobalt in Beryllium 219
Hicks, H. G., Radiochemistry of Zinc 284 [L]
Higgins, G. M. C., siehe Barnard, D.
Higson, H. G., und D. Butler, Bestimmung von α-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure neben anderen Chlormethylphenoxy-propionsäuren 444
Higuchi, T., siehe Papariello, G. J.
Hild, W., siehe Lieser, K. H.
Hines, J. J., siehe Buchanan, R. F.
Hirsjärvi, V. P., B. Salovius und M. Uosukainen, Maßanalytische Bestimmung kleiner Eisenmengen 382
Hłyńczak, A. J., J. S. Knypl und R. Antoszewski, Bestimmung von Bromid und Jodid 381
Hoch, H., M. Turner, und R. C. Williams, Aufstellung von Eichkurven unter Berücksichtigung des Streulichtfehlers im UV 130
Högl, O., siehe Sulser, H.
Höll, K., Untersuchung, Beurteilung, Aufbereitung von Wasser 454 [L]
Hofferek, H., W. Pawlitschek und H. Wolffgang, Papierelektrophorese bei hohen Spannungen 136
Hoffmann, M., Schnellbestimmungsverfahren für Blei neben Zinn und Zink in Legierungen 464
Holasek, A., H. Lieb und M. Pećar, Komplexometrische Bestimmung von Kalium neben Aluminium 305
Holm-Jensen, I., Gasabsorptionsvorrichtung 303. — Bestimmung von Hydrogencarbonat im Blutplasma 233
Honda, M., siehe Meriil, J. R.
Hopkins, R. L., siehe Mikkelsen, L.

Hora, F. B., und P. J. Webber, Bestimmung von Nitraten mit Phenolsulfonsäure 373
Horton, C. A., siehe Willard, H. H.
Horton, G. R., siehe Wendlandt, W. W.
Horwatitsch, H., siehe Kainz, G.
Hosohara, K., siehe Hashimoto, J.
Hřivnáč, M., und J. Janák, Bestimmung schwefelhaltiger heterocyclischer Verbindungen in Benzolen und Naphthalinen 141
Hrubeš, P., und L. Kleinová, Bestimmung von Stickstoff in Ammoniumnitratdünger und Ammoniumnitrat-Kalkdünger 227
Huber, W., Titration aliphatischer und aromatischer Amine nebeneinander 212
Hughes, J. P., siehe Buchanan, R. F.
Hulcher, F. H., Bestimmung von Vanadium in biologischem Material 235
Hummel, B. C. W., Bestimmung von Chymotrypsin, Trypsin und Thrombin 158

Ide, A., siehe Itsuki, K.
Ignaczak, M., siehe Michalski, E.
Ikeda, S., siehe Sudô, E.
Inamori, K., siehe Seki, T.
Ince, A. D., und W. A. Forster, Komplexometrische Schnellbestimmung von Calcium in Tricalciumphosphat 228
Ionescu, M., und C. Suşman, Bestimmung von Blei, Kupfer, Cadmium und Zink in Mineralien 226
Ipata, P., siehe Cerletti, P.
Ishibashi, M., T. Fujinaga, und A. Saito, Polarographische Bestimmung von Spuren Cadmium und Blei in Indiummetall 463
Ishiguro, Y., siehe Shibata, S.
Ishii, D., Bestimmung von Manganspuren in metallischem Uran 220. — Bestimmung von Eisen in metallischem Uran 220
Ishiwatari, N., siehe Onishi, H.
Itsuki, K., A. Ide und A. Minehira, Bestimmung von Tellur in Rohkupfer, ungenütztem Silber und reinstem Selen 459
Ivanov, V. M., siehe Efimov, I. P.
Iványi, Gy., und V. Róna, Bestimmung von Naphthalin in Stadtgas mittels Pikrinsäure 455
Iwamoto, R. T., Lösungsmitteleffekte bei der Elektro-Oxydation von Jodid 382

Jackwerth, E., siehe Specker, H.
Jacovac, Z., siehe Pučar, Z.
Jain, B. D., siehe Bhat, A. N.
Janák, J., siehe Hřivnáč, M.
Janauer, G. E., siehe Korkisch, J.
Janda, I., siehe Brandenstein, M.
Jangg, G., Die Bestimmung geringer Mengen Quecksilber 255 [Or]
Jankovský, J., und O. Kšir, Photometrische Bestimmung von Tellur mit Bismuthiol(II) 378/379
von Janstein, W., siehe Wenger, P.-E.
Jecu, M., siehe Vasiliev, R.
Jeffery, W. S., siehe Ting, S. F.
Jenkinson, N. R., siehe Goodyear, J. M.
Jiang, N. S., und D. P. Groth, Mikrobestimmung der Lävulinsäure 209
Jørgensen, K., siehe Andersen, O. S.
Johns, T., siehe Stewart, J. E.
Johnson jr., F. L., siehe Ayres, G. H.
Johnson, J. F., siehe Hanneman, W. W.
Jones, H. C., siehe Kelley, M. T.
Jones, J. B., Stärkebestimmung in Fleicherzeugnissen 74
Józefowicz, K., und L. Adamski, Bestimmung von Verunreinigungen im Kühlwasser des polnischen Reaktors 391
Juliard, A. L., siehe Walker, D. E.

Kainz, G., und H. Horwatitsch, Vorgänge bei der Oxydation organischer Verbindungen im Verbrennungsrohr bei der Elementaranalyse 63
Kalinin, A. I., siehe Cerkovnickaja, I. A.
Kalugin, A. A., E. M. Perepletčikova, E. N. Zilberman, Ju. V. Vodzinskij und A. E. Kulikova, Bestimmung der Beimengungen des Adipinsäuredinitrils 445
Kalvoda, R., Analytische Bestimmung polarographisch nicht reduzierbarer organischer Verbindungen durch oscillographische Polarographie 296
Kántor, T., Erleichterung der Linienidentifizierung und Intensitätsschätzung bei qualitativen und quantitativen spektroskopischen Untersuchungen 284
Kapétanidis, J., siehe Wenger, P.-E.
Kapoor, R. C., und S. K. Tiwari, Studies with Mercury Micro Electrode 24 [Or]

Kar, K. R., und B. C. Sawhney, Radiometrische Bestimmung von Zirkoniumspuren 53
Karkuzaki, L. I., siehe Škodin, A. M.
Kathriner, A., siehe Becker, A.
Kaufmann, H. P., und E. Mohr, Trennung von Fettsäuren 70
Keaveney, W. P., siehe Hennessy, D. J.
Kelemen, J., siehe Dupcza, K.
Keller, H., und W. Grashoff, Schnellbestimmung von Zink in biologischem Material 233
Kelley, E. G., R. M. Zacharius, S. Krulick und R. B. Greenspun, Bestimmung stickstoffhaltiger Nichteiweißverbindungen im Kohl 72. — Siehe auch Zacharius, R. M.
Kelley, M. T., D. J. Fisher und H. C. Jones, Verbesserung von Polarographen 295.
Kelly, C. A., E. W. McChesney und M. E. Auerbach, Bestimmung von Trithiadol in Futtermitteln 149
Kemula, W., Chromatopolarographie 133
Kemula, W., K. Brajter, S. Cieślik und H. Lipińska, Bestimmung von Kupferspuren in metallischem Silber und in Silbernitrat 459
Kemula, W., K. Brajter, S. Cieślik und H. Lipińska-Kostrowicka, Bestimmung von Silber in Erzen mit geringem Kupfergehalt 224
Kemula, W., und A. Krzemińska, Trennung und Bestimmung der DDT-Isomeren 151
Kennedy, H. E., und W. J. Harper, Nachweis von Terramycin in Milch 73
Kerekes, S., Spurenanalyse von Seltenen Erdmetallen 314
Kern, D. M., Verhalten von Plumbationen bei der polarographischen Reduktion in alkalischer Lösung 53
Khachadurian, A., W. E. Knox und A. M. Cullen, Bestimmung der Gesamt-α-Aminosäuren im Urin mit Ninhydrin 238
Khalifa, H., und S. W. Bishara, Solochrome Black P. V. as a New Reagent in Chelatometry. Part I. The Acid-Base Properties of Solochrome Black P. V. 108 [Or]
Khalifa, H., und M. M. Khater, Solochrome Black P. V. as a New Reagent in Chelatometry. Part II. The Use of Solochrome Black P. V. as Indicator in Titrations with EDTA 241 [Or]
Khater, M. M., siehe Khalifa, H.
Khopkar, S. M., und A. K. De, Abtrennung von Barium 311
Kies, H. L., G. J. van Weezel und S. H. Tan, Die coulometrische Titration einiger N-substituierter Thioharnstoffe 194 [Or]
Kimura, K., siehe Fujita, A.
King, R. M., und C. N. Reilley, Chronopotentiometrie mit Stromumkehr 294
Kinghorn, R., siehe Hearn, W. E.
Kiniwa, M., siehe Ariyoshi, H.
Kinney, T. D., siehe Marsters, R. W.
Kipling, J. J., und G. Grimes, Titration des Jodids 59
Kirby, H. W., Radiochemistry of Protactinium 284 [L]
Kircher, H. W., Trennung der Methylglykoside von Tri-O-methylpentosen und Tetra-O-methylhexosen 446
Kirk, P. L., siehe Grunbaum, B. W.
Kirkwood, K. C., T. J. Mitchell und D. Smith, Diskriminantenfunktion zur Feststellung von Honigtau im Honig 389
Kirsten, W. J., und S. K. Nilsson, Reaktionen einer Anzahl funktioneller Gruppen mit Jodwasserstoffreagentien für die Zeisel-Methode 204
Kleinová, L., siehe Hrubeš, P.
Klimova, V. A., und K. C. Zabrodina, Mikrobestimmung von Carbonylgruppen 439
Kloppenburg, H. G., siehe Specker, H.
Knight, S. G., siehe Haidle, C. W.
Knox, W. E., siehe Khachadurian, A.
Knypl, J. S., siehe Antoszewski, R., sowie Hłyńczak, A. J.
Koch, M., V. Svoboda und J. Körbl, Studien über metallochrome Indicatoren zur Colorimetrie von Kupfer 48
Koch, O. G., siehe Meyer, S.
Körbl, J., siehe Buděšínský, B., sowie Koch, M.
Kojima, T., siehe Funasaka, W.
Kolařik, Z., Titration von Fluoriden mit Fluorescenzindicatoren 436
Kolbasov, V. I., S. B. Bardenštejn und R. W. Džagacpanjan, Bestimmung der Beimengungen im technischen Epichlorhydrin 139
Kolosova, G. M., Čen Yuan-Pan und M. M. Senjavin, Abtrennung des Hafniums von Zirkonium am Kationenaustauscher 372
Kolšek, J., M. Perpar und V. Raznožnik, Zur Farbreaktion der Naph-

thole und Naphtholsulfosäuren mit 4-Amino-antipyrin 119 [Or]. — Siehe auch Gasparič, Z.
Kolthoff, I. M., und C. J. Sambucetti, Voltammetrische, potentiometrische und amperometrische Studien mit der rotierenden Aluminiumdrahtelektrode 132
Konkoly Thege, I., siehe Pungor, E.
Kooiman, P., Bestimmung von Amyloid in Pflanzen 140
Kopanica, M., und R. Přibil, Komplexometrische Bestimmung von Indium 51. — Bestimmung von Indium neben Cadmium, Zink und Kupfer 52
Korkisch, J., und G. E. Janauer, Spectrophotometric Determination of Microgram Quantities of Hexavalent Uranium 85 [Or]
Kotouček, M., siehe Ružička, E.
Kotzschmar, A., Die Analyse von Polypropylenglykolen sowie Misch- und Blockpolymerisaten von Äthylen- und Propylenoxid 30 [Or]
Kozłowski, E., und Z. Ledóchowski, Bestimmung von C, H und N in organischen Verbindungen 64
Kraljić, I., Decomposition of Hexacyanoferrate(II) in Analysis. Part VI. Catalytic Method for the Detection of Silver 123 [Or]
Kratochvíl, V., Photometrische Bestimmung kleinster Mengen von Anilin, o-Toluidin, m-Toluidin und p-Toluidin 267 [Or]
Krauze, S., Z. Bożyk und W. Ociepka, Bestimmung der Summe von Ascorbin- und Dehydroascorbinsäure in Pflanzenmaterial 78
Kremer, V. A., siehe Vail, E. I.
Krešков, A. P., L. N. Bykova und N. Š. Šemet, Potentiometrische Titration organischer Verbindungen in nichtwäßrigem Medium 439
Krüger, P., siehe Roesmer, J.
Krulick, S., siehe Kelley, E. G.
Kruse, J. M., und M. G. Mellon, Photometrische Bestimmung von Ammoniak in Wasser 457
Krzemińska, A., siehe Kemula, W.
Kšir, O., siehe Jankovský, J.
Kuceski, V. P., siehe Papariello, G. J.
Kukiševa, T. N., siehe Kuznecov, V. I.
Kulcsár, M., Zerstäubungsverfahren mit durchbohrten Elektroden 286
Kulikova, A.E., siehe Kalugin, A. A.
Kumov, V. I., siehe Gusev, S. I.
Kupka, J., siehe Bartík, M.
Kurobe, M., siehe Tajima, N.
Kurzawa, Z., Bestimmung von Rhodanid durch Induktion der Jod-Azidreaktion 368. — Bestimmung von Spuren Sulfid oder Thiosulfat auf Grund der Induktion der Jod-Azidreaktion 56. — Bestimmung von Sulfid und Rhodanid bzw. Thiosulfat und Rhodanid nebeneinander 368
Kuta, E. J., und F. W. Quackenbush, Polarographische Analyse von organischen Peroxiden 442
Kuznecov, V. I., und T. N. Kukiševa, Photometrische Bestimmung von Uran mit Arsenazo 317
Kuzovlev, I. A., siehe Gusarskij, V. V.

Ladd, M. F. C., und W. H. Lee, Radiofrequenzmethoden in der analytischen Chemie 133
Laitinen, H. A., siehe Delahay, P.
Langmyhr, F. J., und S. H. Omang, Spektralphotometrische Bestimmung von Selen(IV) mit 1,1′-Dianthrimid 435. — Siehe auch Skaar, O. B.
Lapp, H., und H. Reimers, Bestimmung von Chlor in Brom 231
Larsen, R. P., siehe McCown, S. S.
Lassner, E., und R. Scharf, Zur komplexometrischen Titration von Molybdän. III. Mitteilung 187 [Or]
Laviron, E., Polarographie von Halogeno- und Cyano-Pyridinen 216
Leaf, A. C., Abtrennung von Zirkonium-95 und Niob-95 von anderen langlebigen Spaltprodukten 372
Leddicotte, G. W., Radiochemistry of Manganese 284 [L]. — Radiochemistry of Rhenium 284 [L]. — Siehe auch Dyer, F. F.
Ledóchowski, Z., siehe Kozłowski, E.
Lee, W. H., siehe Ladd, M. F. C.
Leghissa, S., und G. A. Carazzolo, Bestimmung der Verunreinigungen im monomeren Methylmethacrylat und Pyrohydrolyse des polymeren Methylmethacrylats 146
Leininger, E., siehe Thommes, G. A.
Leithe, W., Bestimmung von Nitrat in Nitritproben 230
Levin, A. S., und Z. I. Fodiman, Polarographisches Verhalten von 4-Nitrophenyl- und 4-Aminophenyl-azo-salicylsäure 452
Levonen, E., siehe Alha, A. R.
Lévy, R., und B. Cousin, Mikrostickstoffbestimmung nach Dumas 67

Lieb, H., siehe Holasek, A.
Lieser, K. H., und W. Hild, Selektive Abtrennung von radioaktivem Strontium 310
Lin, K. Y., siehe Marsters, R. W.
Lindsey, A. J., siehe Candeli, A.
Lindstrom, F., und H. Diehl, Indicator zur Bestimmung von Calcium plus Magnesium 309
Linskens, H. F., und J. A. M. Schrauwen, Nachweis und Bestimmung von Peroxydasen auf Pherogrammstreifen 158
Liotta, C., Bestimmung des Treibgas- und Alkohol-Wirkstoffes in Aerosoldosen 457
Lipińska, H., siehe Kemula, W.
Lipińska-Kostrowicka, H., siehe Kemula, W.
Lodge, jr. J. P., J. Ferguson und B. R. Havlik, Bestimmung der Größenverteilung und Zusammensetzung der Teilchen von Schwefelsäure-Aerosolen 456
Luther, H., und H. H. Oelert, Zur molekülspektroskopischen Gruppenanalyse gesättigter Kohlenwasserstoffe 161 [Or]
Lynn, T. R., siehe Patton, S.

Ma, T. S., siehe Earley, J. V.
McCarthy, R. D., siehe Patton, S.
McChesney, E. W., siehe Kelly, C. A.
McCown, S. S., und R. P. Larsen, Bestimmung von Cer und Seltenen Erden 315
MacDuffee, R. C., Baird-Flammenphotometer 286
McGuire, J. J., siehe Zacharius, R. M.
Machata, G., Gaschromatographie in der Toxikologie 160
McKinley, W. P., und R. Yasin, Papierchromatographischer Nachweis von Thioharnstoff in Orangeextrakten 396
MacLagan, W. F., siehe Bowden, C. H.
McNabb, W. M., siehe Swann, W. B.
MacNevin, W. M. und R. M. Wilson, Verwendung von Aluminiumelektroden zu Fluoridbestimmungen 319
McNutt, R. C., siehe Hall, M. E.
Mader, W. J., R. P. Haycock, P. B. Sheth und R. J. Connolly, Quantitative Bestimmung von Serpasil in Geflügelfutter 148
Maekawa, S., und Y. Yoneyama, Bestimmung von Calcium in Eisen und Stählen 391
Maekawa, S., Y. Yoneyama und E. Fujimori, Bestimmung von Zink in Eisen und Stahl 221
Maekawa, Y., und Y. Okazaki, Gerät zur Coulometrie bei konstantem Strom 291
Maggio, F., und F. P. Cavasino, Bestimmung von Vanadium als Silbermetavanadat 55
Majumdar, A. K., und S. P. Bag, Stabilitätskonstanten von Eisen(II)-komplexen mit Pyridin- und Chinolincarbonsäuren 437
Malik, W. U., und R. Haque, Sulfonierte Phenylstearinsäure zur Unterdrückung polarographischer Maxima 296
Malinowski, J., Flammenphotometrische Bestimmung von Tributylphosphat 140
Malur, J., und H. Treptow, Untersuchungen über die Grenzen der potentiometrischen Simultanbestimmung von Zink und Cadmium 426 [Or]
Manoušek, O., und P. Zuman, Polarographische Simultanbestimmung von Pyridoxal und Pyridoxal-5-phosphat 214
Mansel, J., siehe Nicolas, L.
Mára, M., R. Palouš und V. Pavelka, Bestimmung von Magnesium mit Diliursäure 308. — Siehe auch Palouš, R.
Marčenko, V. P., siehe Babko, A. K.
Marciszewski, H., Bestimmung des Methylesters der 1-Methylbutylidencyanessigsäure neben dem Methylester der 1-Methylbutylcyanessigsäure 147
Marcu, M., Sulfatbestimmung in wäßrigen Bodenauszügen 227
Marczenko, Z., und Z. Skorko-Trybuła, Bestimmung von Kaliumchlorat und Kaliumdichromat in den Massen der Zündholzköpfchen 231
Marier, J. R., und M. Boulet, Störungen bei der Bestimmung von Citronensäure 210
Marier, J. R., und D. S. Clark, Colorimetrische Bestimmung des Hexacyanoferrat(II)-ions 71
Markiw, R. T., siehe Buchanan, D. L.
Marlow, H. W., Bestimmung von Eiweiß im Harn 236
Maros, L., I. Molnár und E. Schulek, Bestimmung von Serin und Threonin 239
Marov, I. N., V. K. Beljaeva, A. N. Ermakov und D. I. Rjabčikov,

Chromatographische Trennung von Zirkonium und Hafnium am Kationenaustauscher 372
Marsters, R. W., T. D. Kinney und K. Y. Lin, Bestimmung von Plasmaamylase 159
Martin, H., Stofftrennung durch Ionenwanderung und Elektrophorese 131
Martin, J. E., siehe Papariello, G. J.
Mašek, J., Polarographische Bestimmung von Stickstoffwasserstoffsäure 373
Maslennikov, A. S., Bestimmung von Cyclohexanon und Cyclohexanonoxim nebeneinander in wäßrigen Lösungen und Luft 138
Mathieson, A. R., Turbidimetrische Fällungstitration von Polystyrol 146
Mathur, N. K., und S. P. Rao, Bestimmung von Hydroxysäuren durch photochemische Reaktion mit Cer(IV) 444
Mathur, N. K., S. P. Rao und D. Narain, Bestimmung primärer aromatischer Amine und reaktiver Methylgruppen 450
Matlack, G. M., siehe Meadows, J. W. T.
Matrka, M., und Z. Ságner, Reduktometrische Titration von Azofarbstoffen mit Vanadium(II)-sulfat 451
Matsuda, H., Messung von Übergangszeiten in der Chronopotentiometrie 294
Matsumae, T., siehe Shibata, S.
Matsuura, K., siehe Fujita, A.
Meadows, J. W. T., G. M. Matlack und G. B. Nelson, Bestimmung einiger Spaltprodukte in bestrahltem Plutonium 463
Meinke, W. W., Indirekte Neutronenabsorptiometrie 133
Melhuish, W.H., Gaszählrohr zur Messung von ^{14}C- und ^{3}H-Aktivitäten 299
Mellemgaard, K., und P. Astrup, Bestimmung des Säure- oder Basenüberschusses im menschlichen Körper 232
Mellon, M. G., siehe Kruse, J. M., sowie Wallace, G. W.
Merill, J. R., M. Honda und J. R. Arnold, Abtrennung und Bestimmung von Beryllium in Sedimenten und natürlichen Wässern 226
Metcalfe, L. D., Gaschromatographische Trennung von unveresterten Fettsäuren 208
Meyer, S., und O. G. Koch, Bestimmung von Bleispuren in Eisen und Stahl 394
Michalec, Č., und J. Strašek, Trennung von Cholesterin und Cholesterylestern 157
Michalski, E., K. Czarnecki und M. Ignaczak, Bestimmung von Glucose, Fructose und Saccharose 210
Miermeister, A., siehe Grossfeld, J.
Mika, J., und B. Szopory, Vergrößerungsverfahren bei der photometrischen Ultramikrotitration mit lichtelektrischer Endpunktsbestimmung 302
Mikkelsen, L., R .L. Hopkins und D. Y. Yee, Differenzmethode in der Massenspektrometrie 141
Miller, C. C., und D. H. Thow, Bestimmung von 12-Wolframphosphorsäure mit Tri-n-butylamin 436
Miller, F. J., und P. F. Thomason, Bestimmung von Technetium(VII) mit Thioglykolsäure 437
Miller, G. L., R. Blum, W. E. Glennon und A. L. Burton, Bestimmung der Carboxymethylcellulase-Aktivität 157
Mills, R., und M. J. Vernon, Abtrennung von radiogenem Kobalt-57 aus bestrahltem Nickel 223
Milner, O. I., siehe Gedansky, S. J.
Minczewski, J., und U. Glabisz, Möglichkeiten zum Einsatz von Natriumchloridlösungen als oxydierendes Agens in der Titrimetrie 301
Minehira, A., siehe Itsuki, K.
Miner, F. J., siehe Pflug, J. L.
Minin, A. A., siehe Živopiscev, V. P.
Mirnaja, A. P., siehe Vail, E. I.
Mitchell, T. J., siehe Kirkwood, K. C.
Mixner, J. P., siehe Anderson, R. R.
Miyamoto, M., Bestimmung von Silber in reinem Gold 460
Mohr, E., siehe Kaufmann, H. P.
Molnár, I., siehe Maros, L.
Momiyama, S., siehe Tamamushi, R.
Momyer jr., F. F., Radiochemistry of the Rare Gases 284 [L]
Montag, A., und H. Thiel, Photometrische Bestimmung und papierchromatographischer Nachweis von Trikresylphosphat in Öl 150
Montant, C., und J. M. Touze-Soulet, Elektrophorese von Aminosäuren auf Cellulosepulver 238
Montgomery, H. A. C., Fällung und Trennung von Caesium und Kalium mit Hexachlorotellursäure 48

Moračevskij, Ju. V., und L. A. Volf, Maskierung von Kationen bei komplexometrischen Titrationen 301. — Siehe auch Cerkovnickaja, I. A.
Morgan, C. H., siehe Fielder, R. S.
Mori, H., siehe Sakai, S.
Morse, R. S., siehe Welford, G. A.
Moser, H., und W. Rauert, Wasseruntersuchung mit Hilfe radioaktiver Isotope 217
Mühlberger, F. H., Nachweis von zugesetztem Invertzucker in Traubenmosten und Weinen 70
Mueller, T. R., und R. N. Adams, Charakteristik einer Borcarbidelektrode 303
Mukherji, A. K., Gravimetrische Bestimmung von Gold(III) 49
Mukula, A.-L., siehe Alha, A. R.
Munk, V., siehe Pásková, J.
Murthy, G. K., und J. E. Campbell, Bestimmung von Jod-131 in Milch 72
Myers, V. C., A. H. Free und E. E. Rosinski, Bestimmung von Plasmaamylase 159
Myszkowska, K., J. Tautt, S. Tuszyńska und W. Woźniak, Bestimmung von Vitaminen der B-Gruppe in Hefe 77

Nagase, Y., S. Baba und M. Suzuki, Bestimmung von Phenylquecksilberacetat 443. — Siehe auch Suzuki, M.
Nakagawa, G., Trennung von Zinn(IV) und Blei 370
Nakamura, E., siehe Suzuki, M.
Narain, D., siehe Mathur, N. K.
Narusawa, Y., siehe Hamaguchi, H.
Nash, T., Bestimmung von Chlorid mit Dibromfluorescein 59
National Academy of Sciences, Nuclear Science Series 284 [L]
Nawar, W. W., und I. S. Fagerson, Gaschromatographische Analyse von flüchtigen Bestandteilen aus Lebensmitteln 70
Nelson, E., I. O'Reilly, und T. Chulski, Bestimmung von Carboxytolbutamid im Urin 396
Nelson, E. L., Bestimmung von Stickstoff in nitrathaltigen organischen Verbindungen 64
Nelson, G. B., siehe Meadows, J. W. T.
Nelson, R. A., Bestimmung des Chloridgehaltes in Tabak 155
Němec, I., siehe Berka, A.
Nervik, N. E., Radiochemistry of Tin 284 [L]. — Siehe auch Stevenson, P. C.
Ng, H., D. J. Reed und J. W. Pence, Identifizierung von Carbonylverbindungen in Äthanolextrakten von frischem Weißbrot 385
Nicholson, M. M., Voltammetrische Bestimmung geringster Nickelmengen durch anodische Auflösung 383
Nicolas, L., und J. Mansel, Bestimmung von Stickstoff in organischen Substanzen 66
Nielsen, J. M., Radiochemistry of Iron 284 [L]
Nilsson, S. K., siehe Kirsten, W. J.
Njegovan, V. N., siehe Šušić, S. K.
Noll, H., Identifizierung der verschiedenen Vitamin K-Homologen 78
Norén, B., siehe Ahrland, S.
Norwitz, G., J. Cohen und M. E. Everett, Bestimmung von Eisen, Blei und Arsen in Antimonsulfid 230
Notkina, M. A., und B. M. Dobkina, Bestimmung von Spurenbeimengungen in Strontium- und Bariummetall 219
Novák, J. V. A., Eignung einer Kohlenstoffanode als Meßelektrode zur Verwendung in polarographischen Daueranalysatoren 295

Obkircher, J., siehe Brandstätter-Kuhnert, M.
Ociepka, W., siehe Krauze, S.
Oelert, H. H., siehe Luther, H.
Ömböly, Cs., und E. Derzsi, Bestimmung des tatsächlichen Säurechloridgehaltes von Benzoylchlorid und Palmitoylchlorid 272 [Or]
Ogienko, V. S., Potentiometrische Titration von Bromid mit Hypochlorit 381
Ohkuma, S., Nachweis von Nitroverbindungen 154
Ohlweiler, O. A., Bestimmung von Sulfat in Wasser 390
Okada, M., Gleichzeitige Bestimmung von Scandium und Dysprosium 49. — Bestimmung kleiner Erbiummengen 316
Okazaki, Y., siehe Maekawa, Y.
Olędzka, R., siehe Dziedzianowicz, W.
Omang, S. H., siehe Langmyhr, F. J.
Onishi, H., und N. Ishiwatari, Bestimmung von Wismut mit Xylenolorange 375
O'Reilly, I., siehe Nelson, E.
Orylska, K., siehe Basińska, H.
Orylski, Z., siehe Basińska, H.
Ostroumov, E. A., und I. I. Volkov, Zimtsäure zur gravimetrischen Be-

stimmung von Eisen, Aluminium und Chrom neben Mangan, Nickel, Kobalt und Zink 382
Otto, K., und M. Doubek, Gaschromatographische Apparatur 289
Overton, K. C., siehe Gardner, K.
Oya, H., siehe Ueno, Y.

Paksy, L., „Tesla"-Funken als spektroskopische Lichtquelle und seine praktische Anwendung 285
Palouš, R., V. Pavelka und M. Mára, Bestimmung von Kalium mit Dilitursäure 308. — Siehe auch Mára, M.
Pantani, F., und P. G. Desideri, Bestimmung von Rhodium mit Thioharnstoff 384
Papariello, G. J., S. Chulkaratana, T. Higuchi, J. E. Martin und V. P. Kuceski, Analyse von Mono-, Di- und Triglyceriden sowie von Mono- und Diester von Äthylen- und Polyäthylenglykol 145
Papsueva, P. S., siehe Vajnštejn, G. M.
Paragamian, V., siehe Haight jr., G. P.
Pásková, J., und V. Munk, Bestimmung organischer Säuren durch Papierchromatographie 208
Pataki, L., siehe Schulek, E.
Patrick, J., und F. Schneider, Nachweis von Stickstoff und Schwefel in organischen Verbindungen 67
Patton, S., R. D. McCarthy, L. Evans und T. R. Lynn, Gaschromatographische Analyse der Methylester der Fettsäuren der Milch 73
Paunović, M. M., siehe Tutundžić, P. S.
Pavelka, V., siehe Mára, M., sowie Palouš, R.
Pavlova, M. I., und T. M. Chrenkova, Kaliumbestimmung durch natürliche Radioaktivität 305
Pawlitschek, W., siehe Hofferek, H.
Payne, S. T., Abtrennung und Bestimmung der Platinmetalle neben Nickel, Kupfer, Wismut und Zinn 438
Paz-Castro, M., siehe Bermejo-Martínez, F.
Pećar, M., siehe Holasek, A.
Peereboom, J. W. C., Identifizierung von Weichmachern durch Dünnschichtchromatographie 147
Pence, J. W., siehe Ng, H.
Perepletčikova, E. M., siehe Kalugin, A. A.
Perpar, M., siehe Gasparič, Z., sowie Kolšek, J.
Persaud, K., siehe Candeli, A.
Pesez, M., und J. Bartos, Bestimmung von Hydroxyl-, Carbonyl- und primären Aminogruppen 440
Pesez, M., J. Bartos und J.-F. Burtin, Photometrische Bestimmung von Phenolen, Arylaminen und Aldehyden mit 3-Phenyl-5-nitrosamino-1,2,4-thiodiazol als Reagens 212
Péter, L., Rolle der Gegenelektrode bei gleichgerichteten Funkenentladungen 285
Petrowitz, H.-J., Verfahren zum chromatographischen Nachweis von Hydroxyaldehyden auf Kieselgelschichtplatten 432 [Or]
Petty, J., siehe Stinson, E. E., sowie White jr., J. W.
Pflug, J. L., und F. J. Miner, Bestimmung von freier Säure in Plutoniumsalzlösungen 229
Phelps, R. T., siehe Boyes jr., G. W.
Pijanowski, E., Bestimmung von Vitamin C 77, 78
Piotrowski, A., und B. Belski, Bestimmung von Metallionen aus der Änderung der Stromstärke in einem galvanischen Element 298
Pisano, J., Bestimmung von Normetanephrin und Metanephrin im Harn 156
Pittwell, L. R., Bestimmung von Aluminium und Chrom in Magnesium, Calcium und Thorium 460
Pogodina, L. G., siehe Berezin, B. D.
Polak, F., und L. Wilkosz, Bestimmung von Glycerin und Anilin nebeneinander 209
Popa, S., siehe Sterescu, M.
Popoff, A., und V. Gădeva, Nachweis von Benzthiazolderivaten 146
Pretorius, V., siehe de Wet, W. J.
Přibil, R., siehe Kopanica, M., sowie Vydra, F.
Price, H. A., siehe Scott, R. L.
Prístavka, D., Bestimmung von Schwefel und Antimonpentasulfid in technischem Antimon(III)-sulfid 229. — Bestimmung von Acetyl- und Sulfogruppen in acetyliertem und sulfoniertem technischem Polyvinylalkohol 144
Prudnikova, L. D., siehe Baškirceva, A. A.
Przybyszewska, K., siehe Basińska, H.
Pučar, Z., und Z. Jacovac, Qualitative und quantitative Analyse von Radionukliden besonders von Seltenen Erden 49

Puckett, J. E., siehe Scott, R. L.
Püschel, R., und H. Wittmann, Bestimmung von Phosphor in organischen Substanzen 320
Pulliam, J. E., siehe Axelrod, L. R.
Pungor, E., und L. Balázs, Acidimetrische und jodometrische Hochfrequenztitrationen 299
Pungor, E., und M. Hangos-Mahr, Einfluß der Viscosität der Lösungen auf die Zerstäubungsverhältnisse bei flammenphotometrischen Analysen 287
Pungor, E., und I. Konkoly Thege, Flammenphotometrische Eigenschaften der Übergangselemente 287
Pungor, E., und E. Zapp, Flammenphotometrische Bestimmung kleiner Alkalimengen in Aluminium 462
Purdy, W. C., siehe Chevalier, E. C.
Purushottam, D., Abtrennung des Urans von den Seltenen Erden 365

Quackenbush, F. W., siehe Kuta, E. J.

Radwan, Z., siehe Czakow, J.
Rafols-Rovira, J. M., Bestimmung von Brom in Ausgangslaugen bei der Bromdarstellung 231
Ramsay, J. B., siehe Boyes jr., G. W.
Rao, G. Gopala, siehe Sagi, S.
Rao, S. P., siehe Mathur, N. K.
Rapi, G., siehe Bergamini, C.
Rapport, M. M., L. Graf, N. Alonzo und V. P. Skipski, Jodstärkelösung zum Besprühen von Fettsäurechromatogrammen 443. — Siehe auch Skipski, V. P.
Rauert, W., siehe Moser, H.
Raymond, S., Veränderungen am Baird-Flammenphotometer 286
Raznožnik, V., siehe Kolšek, J.
Reed, D. J., siehe Ng, H.
Reilley, C. N., W. D. Cooke und N. H. Furman, Darstellung voltammetrischer Prozesse 298. — Siehe auch King, R. M.
Reimers, H., siehe Lapp, H.
Reinmuth, W. H., Interpretation der Potentialzeitkurven bei chronopotentiometrischen Untersuchungen 293. — Darstellung voltammetrischer Prozesse 298. — Siehe auch Testa, A. C.
Remick, A. E., siehe Snead, W. K.
Rey-Mendoza, R., siehe Bermejo-Martínez, F.
Řezáč, Z., und L. Růžičková, Bestimmung von Germanium durch Molybdänblauverfahren 369
Reznik, H., und K. Egger, Benedicts Reagens als Indicator für phenolische ortho-Dihydroxygruppen 196 [Or]
Riemersma, J. C., und F. J. M. Heslinga, Papierchromatographie wasserlöslicher Lebensmittelfarbstoffe 79
Ringpfeil, U., siehe Behrens, U.
Ritter, W., siehe Hänni, H.
Rjabčikov, D. I., siehe Marov, I. N.
Robinson, E. A., Bestimmung von Chloroform in wäßrigen Lösungen 207
Robinson, J. W., Natriumbestimmung durch Atom-Absorptionsspektroskopie 304. — Siehe auch Bartkiewicz, S. A.
Rochas, P., siehe Bussière, P.
Rodriguez-Roda, C., siehe Buscarós, F.
Roesmer, J., und P. Krüger, Radiochemistry of Mercury 284 [L]
Rogers, L. B., siehe Hanselman, R. B.
Rogers, R. N., Phosphorbestimmung in explosiven Präparaten 153
Romanova, N. K., siehe Verbickaja, T. D.
Róna, V., siehe Iványi, Gy., sowie Scherzer, J.
Rosen, M. J., und H. A. Goldsmith, Systematic Analysis of Surface-Active Agents, Serie: Chemical Analysis Vol. 12 454 [L]
Rosenberg, A. F., siehe Hibbits, J. O.
Rosenblatt, D. H., siehe Yurow, H. W.
Rosenthaler, L., Über eine Adsorption farbiger Stoffe aus Farbreaktionen. II 190 [Or]. — Farbreaktionen einiger anorganischer Stoffe 193 [Or]. — Nachweis von organischen Verbindungen 204
Rosinski, E. E., siehe Myers, V. C.
Ross, A. C., siehe Goldberg, C. A., J.
Ross, A. M., siehe Centanni, F. A.
Roth, H., Bestimmung von Stickstoff in organischem Material 67
Roubalova, D., und J. Doležal, Titration von Äthylendiamintetraacetat und 1,2-Cyclohexandiamintetraessigsäure 451
Rowell, D. A., siehe Scott, C. G.
Rudnicki, R., Nachweis von Sulfat- und Pyrosulfationen in der Papierchromatographie 377
Ruohonen, A., siehe Alha, A. R.
Rusanov, A. K., und T. I. Tarasova, Einschüttlungsverfahren in der Spektralanalyse 128

Růžička, E., und M. Kotouček, Thionolin als analytisches Reagens 351 [Or]
Růžičková, L., siehe Řezáč, Z.

Sacher, H., Nachweis laurinsäurehaltiger Fremdfette in Kakaobutter 70
Sagi, S., und G. Gopala Rao, Bestimmung von Uran(IV) durch Titration mit Eisen(III)-salzlösung 51
Ságner, Z., siehe Matrka, M.
Saito, A., siehe Ishibashi, M.
Sakai, S., K. Suzuki, H. Mori und M. Fujino, Farbreagens auf primäre aromatische Amine 450
Sakurai, H., siehe Takahashi, T.
Salesin, E. D., siehe Takiyama, K.
Salomaa, E., siehe Alha, A. R.
Salovius, B., siehe Hirsjärvi, V. P.
Sambucetti, C. J., siehe Kolthoff, I. M.
Sangal, S. P. und A. K. Dey, Complexometric Determination of Thorium Using p-Nitrobenzene-Azo-chromotropic Acid (Chromotrope 2-B) as Indicator 178 [Or]
Sano, K., siehe Seki, T.
Sen Sarma, K. P., siehe Dutt, N. K.
Saunderson, J. L., Emissionsspektralanalyse von Uranisotopen 318
Sauvenier, G., und G. Duyckaerts, Polarographische Bestimmung von Germanium 369
Sawhney, B. C., siehe Kar, K. R.
Sawicki, E., und T. W. Stanley, Tüpfelreaktion für aliphatische aromatische und heterocyclische Aldehyde 440. — Bestimmung von aromatischen Polynitroverbindungen 450
Scaglioni, O., siehe Gualandi, G.
Schall, E. D., Titrimetrische Bestimmung von Kalium mit Tetraphenyloborat 47
Scharf, R., siehe Lassner, E.
Schechter, M. S., S. B. Soloway, R. A. Hayes und H. L. Haller, Bestimmung von DDT 71
Schenk, R. U., Bestimmung von 2,4,6-Trichlorphenol in Futtermitteln 150
Scherzer, J., und V. Rona, Colorimetrische Kobaltbestimmung mit Dimethylglyoxim und o-Dianisidin 60
Schmalz, E. O., und G. Geiseler, Beitrag zur infrarotspektroskopischen Simultananalyse III. Mitteilung 333 [Or]
Schneider, F., siehe Patrick, J.
Schönfeld, T., M. ElGarhy, Ch. Friedmann und J. Veselsky, Bestimmung von Uran in Gesteinen, Kohlenaschen und Ascheextrakten 51. — Siehe auch Tauber, R.
Schöön, N.-H., Radiochemische Bestimmung von Polythionaten 57
Schrauwen, J. A. M., siehe Linskens, H. F.
Schroll, E., siehe Brandenstein, M.
Schulek, E., und L. Pataki, Bestimmung von Thallium neben viel Arsen im Thalliumerz Lorandit 225. — Siehe auch Maros, L.
Schwabe, K., und S. Vollrath, Bestimmung von Sauerstoff in Kesselspeisewasser 217
Schwarz-Bergkampf, E., Trennung von Ionen auf Filtrierpapierstreifen nach Art der Ringofenmethode von Weisz 130
Schweers, W., Bestimmung der ^{14}C-Aktivität geringer Mengen niedrig siedender Flüssigkeiten 300
Schweiss, H., siehe Berg, H.
Schwert, G. W., und Y. Takenaka, Bestimmung von Chymotrypsin, Trypsin und Thrombin 158
Scînteie, V., siehe Vasiliev, R.
Scott, C. G., und D. A. Rowell, Gaschromatographische Trennung von Kohlenwasserstoffen hohen Molekulargewichtes 205
Scott, R. L., J. E. Puckett, H. A. Price, M. D. Grimes und B. J. Heinrich, Manometrisches Halbmikroverfahren zur C-H-Bestimmung 63
Scroggie, M. G., Gerät zur Konstanthaltung von p_H-Werten 303
Seki, T., K. Inamori und K. Sano, Chromatographische Trennung von Carbonsäuren mit phenolischen Hydroxylgruppen 452
Selman, G. G., Anfärbung von Proteinen mit Bromphenolblau 236
Semenza, G., Verfahren der Proteinchromatographie mit Hilfe von Cellulosederivaten 397
Šemet, N. Š., siehe Krešков, A. P.
Sen Gupta, J. G., siehe Gupta
Seniów, A., Papierelektrophorese von Proteinen 397
Senjavin, M. M., siehe Kolosova, G. M.
Sen Sarma, K. P., siehe Dutt, N. K.
Serrano Bergés, L., Fortschritte der Technik des Ringofens nach Weisz 300
DeSesa, M. A., siehe Centanni, F. A.
Sherrington, L. G., siehe Gentry, C. H. R.
Sheth, P. B., siehe Mader, W. J.

Shibata, S., Extrahierbarkeit von Metallchelaten von 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol 136. — Bestimmung von Indium mit 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol 319
Shibata, S., Y. Ishiguro und T. Matsumae, Bestimmung von Zirkonium 371
Shirai, H., siehe Takahashi, T.
Silničenko, V. G., Nachweis von Sulfat-, Sulfit- und Thiosulfationen 378
Šimek, J., Verfolgung der Abnahme der aktiven Komponenten in Metol-Hydrochinonentwicklern 154
Singh, D., A. Varma und V. S. Agarwala, Amperometric Ascorbimetric Determination of Cerium(IV) and Iron(III) with two Polarized Electrodes 172 [Or]
Singh, E. J., und A. K. Dey, Separation and Identification of Micro-Quantities of Metallic Ions by Ring Oven Technique. Part III. EDTA as a Complexant 248 [Or]
Šingliar, M., J. Brida und A. Bobák, Trennung und Analyse der Gemische von Butanolen und Butanalen 137
Sinha, S. N., und A. K. Dey, Sodium Alizarin-3-Sulphonate as a Chromophoric Reagent. Part II. Colorimetric Determination of Tungsten(VI) 182 [Or]
Sircar, A. K., siehe Chatterjee, P. K.
Sisman, E., siehe Vasiliev, R.
Skaar, O. B., und F. J. Langmyhr, Bestimmung von Tellur(IV) mit 1,1′-Dianthrimid 58
Skerrett, E. J., und E. A. Baker, Mikrobestimmung von Endrin 151
Skipski, V. P., S. M. Arfin und M. M. Rapport, Papierchromatographische Trennung von unverzweigten gesättigten, ungesättigten und hydroxylierten Fettsäuren 443. — Siehe auch Rapport, M. M.
Škodin, A. M., und L. I. Karkuzaki, Titration sehr schwacher Basen in wasserfreier Essigsäure mit Perchlorsäure 444
Skorko-Trybuła, Z., siehe Marczenko, Z.
Smith, D., siehe Kirkwood, K. C.
Smith, G. F., Schnellbestimmung von Kristallwasser in Magnesiumperchlorattrockenmitteln 136
Smith, J. F., siehe Barnard, D.
Snead, W. K., und A. E. Remick, Chronopotentiometrie 294
Šnobl, D., siehe Večeřa, M.
Snowacka, A., Bestimmung des Gehaltes an Epoxygruppen in nicht gehärteten Epoxyharzen 143
Sørensen, E., Spektralphotometrische Bestimmung von Uran 51
Šolaja, B., siehe Šušić, S. K.
Soloway, S. B., siehe Schechter, M. S.
Specker, H., E. Jackwerth und H. G. Kloppenburg, Untersuchungen zur Extraktion von Quecksilberhalogeniden mit Tributylphosphat 81 [Or]
Spencer, C. F., siehe Hanneman, W. W.
Spengler, G., und A. Weber, Bestimmung des Bienenwachsgehaltes in Wachskompositionen 142
Sperlich, H., Nachweis von Distickstoffoxid in Schlagsahne 73
Spitzy, H., Prinzipien der extraktiven radiometrischen Titration 134
Squirrell, D. C. M., siehe Haslam, J.
Stahl, W. H., siehe Sullivan, J. H.
Stanley, T. W., siehe Sawicki, E.
Stawpert, W., siehe Duke, J. F.
Steinberg, A. M., siehe Hennessy, D. J.
Stephen, W. I., Schwefelwasserstoff-Acetonlösung als Fällungsreagens in der qualitativen Analyse 135
Stephenson, W. E., siehe Adam, A. R.
Sterescu, M., S. Arizan und S. Popa, Bestimmung und Trennung von 2,3-O-Isopropyliden-L-Sorbofuranose und 2,3;4,6-Di-O-Isopropyliden-L-Sorbofuranose 446
Stevenson, G. W., Schnelle Bestimmung von Salicylat in Blut 398
Stevenson, P. C., and W. E. Nervik, Radiochemistry of Rare Earths, Scandium, Yttrium and Actinium 284 [L]
Stewart, J. E., R. O. Brace, T. Johns und W. F. Ulrich, Erfahrungen zur quantitativen IR-spektrometrischen Mikroanalyse gaschromatographischer Fraktionen 289
Stewart jr., J. H., Monochromatographische Röntgenstrahlenabsorption zur Bestimmung von Thorium 316
Stinson, E. E., M. H. Subers, J. Petty und J. W. White jr., Trennung und Identifizierung der organischen Säuren des Kleehonigs 385
Štolc, V., Interference of Certain Ions with the Catalytic Action of Iodine in the Sandell-Kolthoff Reaction 262 [Or]

Strašek, J., siehe Michalec, Č.
Strasheim, A., F. W. E. Strelow und L. R. P. Butler, Atom-Absorptionsspektroskopie zur Bestimmung von Kupfer in Erzen 224
Strelow, F. W. E., siehe Strasheim, A.
Strzyżewska, B., Einschüttlungsverfahren in der Spektralanalyse 128. — Siehe auch Czakow, J.
v. Studnitz, W., Bestimmung von meta-Adrenalin und meta-Noradrenalin 240
Subbanna, V. V., und A. K. Bhattacharya, Bestimmung von Thorium mit o-Kresotinsäure oder 4-Aminosalicylsäure 316
Subers, M. H., siehe Stinson, E. E.
Suchnevič, V. S., siehe Česnokov, O. F.
Sudô, E., H. Gotô und S. Ikeda, Flammenphotometrische Lanthanbestimmung 315. — Siehe auch Takeyama, S.
Sünderman, D. N., und C. W. Townley, Radiochemistry of Indium 284 [L]
Sullivan, J. H., W. A. Voelker und W. H. Stahl, Chromatographische Bestimmung organischer Säuren in Vanille-Extrakten 75
Sulser, H., und O. Högl, Bestimmung des Isopropylätherextraktes von Lebensmittelfarbstoffen 389
Sundararajan, K., Titration von Kaliumhexacyanoferrat(III) mit Kobaltsulfat 59
Šušić, S. K., V. N. Njegovan und B. Šolaja, Über die Bestimmung von Mangan und Phosphat in Form von formelreinem Mangan(II)-ammoniumphosphat 412 [Or]. — Über die Verwendung von Hexamethylentetramin zur gravimetrischen Trennung dreiwertiger Kationen von den zweiwertigen 416 [Or]
Suşman, C., siehe Ionescu, M.
Sutton, D. C., siehe Welford, G. A.
Suzuki, K., siehe Sakai, S.
Suzuki, M., E. Nakamura und Y. Nagase, Nachweis von Lebensmittelfarbstoffen und Rhodamin B 79. — Siehe auch Nagase, Y.
Švajka, O. P., siehe Grekov, A. P.
Svoboda, V., siehe Koch, M.
Swann, W. B., J. F. Hazel und W. M. McNabb, Polarographische Bestimmung von Arsen 374
Syputa, R., siehe Adam, A. R.
Szabó, Z. L., siehe Török, T.
Szakács, O., siehe Török, T.
Szalkowski, C. R., Bestimmung von Nithiaziden in Futtermitteln 149
Szopory, B., siehe Mika, J.

Tachikawa, T., siehe Ueno, K.
Taimni, I. K., und S. N. Tandon, Thermogravimetrisches Verhalten von Sulfiden 135
Tajima, N., und M. Kurobe, Bestimmung von Zink in Verchromungsbädern durch Extraktion mit Methylisobutylketon und Titration mit ÄDTA 228. — Bestimmung von Eisen in Aluminiumlegierungen 462
Takahashi, A., Messung hoher Substanzkonzentrationen durch automatische kontinuierliche Coulometrie 291. — Bestimmung von freiem Chlor in Wässern 291
Takahashi, T., und H. Sakurai, Bestimmung von Eisen(II) mit elektrolytisch erzeugtem Brom 382
Takahashi, T., und H. Shirai, Bestimmung von Blei, Cadmium und Zink neben einem großen Überschuß von Indium 371
Takenaka, Y., siehe Schwert, G. W.
Takeyama, S., E. Sudô und H. Gotô, Bestimmung und Abtrennung der Seltenen Erden in Eisen und Stahl 392
Takiyama, K., E. D. Salesin und L. Gordon, Thoriumbestimmung mit Oxin 51
Tamamushi, R., S. Momiyama und N. Tanaka, Eignung der Quecksilberelektrode für Messungen in stationären Medien 296
Tamminen, V., siehe Alha, A. R.
Tan, S. H., siehe Kies, H. L.
Tanaka, N., siehe Tamamushi, R.
Tandon, S. N., siehe Taimni, I. K.
den Tandt, C., Bestimmung von Stickstoff in metallischem Calcium 460
Tarasova, T. I., siehe Rusanov, A. K.
van Tassel, J. H., siehe Wendlandt, W. W.
Tauber, R., und T. Schönfeld, Adsorption von Polonium an Cellulose und Glas 435
Tautt, J., siehe Myszkowska, K.
Testa, A. C., und W. H. Reinmuth, Berechnung der Geschwindigkeitskonstante irreversibler chemischer Reaktionen 293. — Bestimmung der Hydrolysiergeschwindigkeit von Benzochinonimin 294
Thiel, H., siehe Montag, A.

Thomas, A. C., Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes organischer Verbindungen 320
Thomason, P. F., siehe Miller, F. J.
Thommes, G. A., und E. Leininger, Fluorimetrische Bestimmung von o-Phthalsäure 214
Thow, D. H., siehe Miller, C. C.
Ting, S. F., W. S. Jeffery und E. L. Grove, Titration von Dichloressigsäure, β-Naphthylaminhydrochlorid und Ammoniumjodid in Dimethylformamid mit Lösungen der Alkalimethoxide 445
Tipcova, V. G., siehe Busev, A. I.
Tiwari, S. K., siehe Kapoor, R. C.
Tōei, K., siehe Ariyoshi, H.
Török, T., O. Szakács und Z. L. Szabó, Spektralanalyse von Hüttenaluminium 461
Torgov, V. G., siehe Alimarin, I. P.
Touze-Soulet, J. M., siehe Montant, C.
Townley, C. W., siehe Sünderman, D. N.
Treptow, H., siehe Malur, J.
Triebel, H., siehe Berg, H.
Trout, G. M., siehe Wynn, J. D.
Tsuda, Y., siehe Unemoto, T.
Tuljupa, F. M., siehe Usatenko, J. I.
Turner jr., A., siehe Brice, B. A.
Turner, M., siehe Hoch, H.
Tuszyńska, S., siehe Myszkowska, K.
Tutundžić, P. S., und M. M. Paunović, Coulometrische permanganometrische Mikrobestimmung von Wasserstoffperoxid 47
Tyniec, T., Bestimmung von Schwefel in natürlichen Schwefelvorkommen, in Konzentraten und Flotationsabfällen 227

Ueno, K., und T. Tachikawa, Bestimmung von Hydrochinon durch potentiometrische Titration mit Cer(IV)-sulfatlösung 449
Ueno, Y., H. Oya und T. Bando, Trennung der Säuren des Tricarbonsäurecyclus an Celitesäulen 232
Újhidy-Farkas, K., siehe Benkö, I.
Ulrich, W. F., siehe Stewart, J. E.
Unemoto, T., Y. Tsuda und M. Hayashi, Bestimmung von Ammoniak in Wasser 457
Uno, T., und S. Akihama, Thiazolderivate als analytische Reagentien 135. — Bestimmung von Palladium mit 1-p-Chlorphenyl-3-(4-methyl-2-thiazolyl)thioharnstoff als Reagens 62
Uosukainen, M., siehe Hirsjärvi, V. P.
Urbański, T. S., Bestimmung kleiner Mengen Uran mit Natriumvanadat 317
Usami, S., Bestimmung von Verunreinigungen in Vinylacetat 442
Usatenko, J. I., und F. M. Tuljupa, Extraktion und Titration von Zink und Cadmium nebeneinander 311

Vail, E. I., V. A. Kremer und A. P. Mirnaja, Bestimmung von Sulfat 377
Vajnštejn, G. M., und P. S. Papsueva, Bestimmung von Nitrocyclohexan in Abwässern von Caprolactambetrieben 391
Varma, A., siehe Singh, D.
Vasilenko, V. D., Amperometrische Titration von Yttrium mit Kupferronlösung 314
Vasiliev, R., V. Scînteie und I. Chialda, Bestimmung von Phenylbutazon 215
Vasiliev, R., V. Scînteie, I. Chialda, E. Şişman, J. Fruchter und M. Jecu, Bestimmung verschiedener Pyrazolonderivate 215
Vastagh, G., siehe Dupcza, K.
Večeřa, M., und D. Šnobl, Absorption von Stickoxiden durch Mangandioxid bei der C-H-Bestimmung 64
Verbickaja, T. D., und N. K. Romanova, Bestimmung von Hypophosphit und Phosphit neben Phosphat 373
Verma, R. M., und S. Bose, Jodoformreaktion durch Photooxydation 208
Vernon, M. J., siehe Mills, R.
Veselsky, J., siehe Schönfeld, T.
Vladimirova, V. M., und N. K. Davidovič, Bestimmung von Thorium neben Niob mit Arsenazo III 316
Vodzinskij, Ju. V., siehe Kalugin, A. A.
Voelker, W. A., siehe Sullivan, J. H.
Voicu, V., und I. Dema, Gewichtsanalytische Bestimmung von Palladium 60
Voinovitch, I. A., Spektralanalyse durch Einsprühen von Lösungen mit Hilfe von Gas 128. — Siehe auch Zalessky, Z.
Volf, L. A., Komplexometrische Bestimmung von Strontium und Barium 310. — Siehe auch Moračevskij, Ju. V.
Volkov, I. I., siehe Ostroumov, E. A.
Vollrath, S., siehe Schwabe, K.
Vydra, F., und R. Přibil, Bestimmung von Kobalt(II) mit Eisen(III)-

chlorid in 1,10-Phenanthrolinlösung 60. — Bestimmung von Kobalt in Stahl und Legierungen 222

Wadsworth, N. J., Elektrolysen bei konstantem Potential 293
Wagner, J., und G. Winkler, Die gaschromatographische Trennung und Bestimmung von Aminosäuren. Die gaschromatographische Bestimmung von Aminosäuren in Form ihrer N-Trifluoracetylmethylester 1 [Or]
Wakamatsu, S., Zinnbestimmung in Eisen und Stahl 394
Walędziak, H., K. Gorczyńska und D. Ciecierska-Stokłosa, Farbreaktion von Vanadium(V) und seine photometrische Bestimmung 55. — Siehe auch Gorczyńska, K.
Walker, D. E., R. N. Adams und A. L. Juliard, Voltammetrie mit Wechselstrom an festen Elektroden 297
Wallace, G. W., und M. G. Mellon, Vanadiumbestimmung als Molybdovanadiumsäure 434
Wallis, C. P., Polarographie von Arsonsäuren 213
Wawrzyczek, W., Nachweis des Nitritions 53
Webber, P. J., siehe Hora, F. B.
Weber, A., siehe Spengler, G.
van Weezel, G. J., siehe Kies, H. L.
Weisz, H., Nachweis von Fluoridionen mittels einer Tüpfelreaktion 436. — Siehe auch Čelap, M. B.
Weisz, H., M. B. Čelap und V. V. Almažan, Ringofentüpfelcolorimetrie 130
Welford, G. A., W. R. Collins jr., R. S. Morse und D. C. Sutton, Trennungsgang zur Analyse von langlebigen Spaltprodukten in „fallout"-Proben 218
Wendlandt, W. W., J. H. van Tassel und G. R. Horton, Zersetzung der Tetraphenyloborate von 8-Hydroxychinolin, 2-Methyl-, 5,7-Dichlor-5,7-Dibrom- und 5,7-Dijodoxin 216
Wenger, P.-E., J. Kapétanidis und W. von Janstein, Papierchromatographische Trennung von Silber-, Blei- und Quecksilber(II)-ionen in Gegenwart von β,β'-Diaminodiäthyläther-N,N'-tetraessigsäure 307
West, T. S., siehe Close, R. A.
Westermark, T., siehe Fineman, I.
Westwood, C. G., Bestimmung von Silicium in unlegiertem und niedrig legiertem Stahl und Gußeisen 222
De Wet, W. J., und V. Pretorius, Beziehungen zwischen Wirkungsgrad, Durchmesser und Länge einer gaschromatographischen Säule und dem Volumen des aufgetragenen Substanzgemisches 288
Wetzel, W., Lumineszenzmikroskopische Sediment-Analyse bei erdölgeologischen Grundlagenforschungen 140
White jr., J. W., Analyse des Honigs 71. — Siehe auch Brice, B. A., sowie Stinson, E. E.
White jr., J. W., J. Petty und R. B. Hager, Bestimmung des Gehaltes an freier Säure, Lactonen und Gesamtsäure im Honig 71
Whitfield, A. E., Sprühreagens auf Ammoniumsalze von aliphatischen Säuren 209
van der Wiel, A., Gaschromatographische Trennung von Kohlenwasserstoffen 204
Wiesenberger, E., Elektronenmikroskopischer Nachweis von Kupferspuren 306
Wilkins, D. H., Chelatometrische Bestimmung von Aluminium, Nickel und Mangan ohne vorausgehende Trennung 314
Wilkinson, J. H., siehe Bowden, C. H.
Wilkosz, L., siehe Polak, F.
Willard, H. H., und C. A. Horton, Titration von Fluoriden mit Fluorescenzindicatoren 436
Williams, R. C., siehe Hoch, H.
Williams, R. T., siehe Hibbits, J. O.
Wilson, G. S., siehe Hennessy, D. J.
Wilson, R. M., siehe MacNevin, W. M.
Winkler, G., siehe Wagner, J.
Wise, W. M., und W. W. Brandt, Bestimmung von Vanadium(V) mit Benzhydroxamsäure 55
Wittmann, H., siehe Püschel, R.
Wolf, S., Automatisches Titriergerät für potentiometrische Titrationen 131
Wolffgang, H., siehe Hofferek, H.
Woliński, J., D. Buza, E. Czerwińska-Fejgin und W. Zamłyński, Identifizierung von Phenolen, Aminen und Aminoalkoholen 449
Wood, K. I., Gerät zur Konstanthaltung von p_H-Werten 303
Woźniak, W., siehe Myszkowska, K.
Wroński, M., Bestimmung von Spuren zweiwertigen Kupfers 306. — Bestimmung von Silber und Quecksilber(II) in kleinen Mengen 307. — Argentometrische Cyanidbestim-

mung 366. — Bestimmung von Styrol, Acrylnitril und Acrylsäuremethylester 145. — Mercurimetrische Bestimmung von Schwefelverbindungen in Viscose 361 [Or]
Wu, H., siehe Folin, O.
Wurst, M., siehe Franc, J.
Wynn, J. D., J. R. Brunner und G. M. Trout, Bestimmung von flüchtigen Geruchs- und Geschmacksstoffen in Milch 72

Yasin, R., siehe McKinley, W. P.
Yee, D. Y., siehe Mikkelsen, L.
Yoneyama, Y., siehe Maekawa, S.
Yoshida, H., Bestimmung von Wismut 54
Yoshihara, K., siehe Ebihara, H.
Yurow, H. W., D. H. Rosenblatt und J. Epstein, Nachweis von einbasischen Phosphorsäureestern 205

Zábrák, E., siehe Dupcza, K.
Zabrodina, K. C., siehe Klimova, V. A.
Zacharius, R. M., E. G. Kelley und J. J. McGuire, Papierchromatographische Analyse stickstoffhaltiger Nichteiweißverbindungen im Kohl 72. — Siehe auch Kelley, E. G.
Zajceva, N. I., siehe Cellinskaja, T. F.
Zalessky, Z., J. Debras-Guedon und I. A. Voinovitch, Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium neben Aluminium, Eisen und Titan 310
Zamłyński, W., siehe Woliński, J.
Zapp, E., siehe Pungor, E.
Zieliński, E., Neon als Trägergas bei gaschromatographischen Heliumbestimmungen in Neonkonzentraten und in Erdgas 455
Zilberman, E. N., siehe Kalugin, A. A.
Živopiscev, V. P., und A. A. Minin, Trennung und Bestimmung von Eisen, Titan und Aluminium 383
Zuman, P., siehe Manoušek, O.
Zweig, G., und T. E. Archer, Quantitative Bestimmung des Insecticids Thiodan 152
Zýka, J., siehe Berka, A.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.

Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abgase, Bestimmung von Schwefeltrioxid und Schwefeldioxid 455
Abwasser, Bestimmung von Sulfid- oder Thiosulfatspuren 56; von Nitrocyclohexan im Abwasser von Caprolactambetrieben 391
Acetaläther, Bestimmung 206
Acetaldehyd, Identifizierung in Weißbrot 385
Acetamid, Nachweis von Stickstoff 68
Acetanhydrid, zur Bestimmung von Citronensäure 210
Acetanilid, Nachweis von Stickstoff 68
Acetat, Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Wolframbestimmung 186
Aceton, Farbreaktion 191; Jodoformreaktion 204; Identifizierung im Weißbrot 385; Bestimmung von Isopropanol und Wasser 137
Acetophenon, Bestimmung 452
Acetylene, Abtrennung 288
Acetylgruppen, Bestimmung in technischem Polyvinylalkohol 144
3-Acetyl-4-hydroxycumarin, zur Bestimmung von Eisen(II) 59
Acetylthioharnstoff, Bestimmung 195
Acridin, Bestimmung in Mischungen 440
Acrylnitril, Bestimmung 145
Acrylnitrilmonomere, Bestimmung in Latices 143
Acrylsäuremethylester, Bestimmung 145
Actinium, Radiochemie 284 [L]
Adenosin, Anfärbung 236
Adipinsäuredinitril, Bestimmung der Beimengungen 445
meta-Adrenalin, Bestimmung 240
ÄDTA, amperometrische Titration 451
ÄDTA-Titrationen, Solochromschwarz P.V. als Reagens 108, 241; Maskierung von Kationen 301
Äpfelsäure, Bestimmung 444; im Kleehonig 385
Aerosoldosen, Bestimmung von Treibgas- und Alkohol-Wirkstoff 457
Aesculetin, Fluorescenzreaktion 197

Aesculetin-6-glucosid, Fluorescenzreaktion 197
Aesculin, Fluorescenzreaktion 197
Äthanol, Bestimmung in Chloroform 443; toxikologische Bestimmung 160; Nachweis von Fuselöl 204
Äther, katalytischer Tüpfelnachweis 442; Abtrennung 288
Äthinyloestradiol, Farbreaktion 359
Äthoxydiaminoacridin, Farbreaktion 192
Äthylamine, Bestimmung 206
Äthylbutene, Analyse 16
Äthylchlorid, Bestimmung in Chloroform 443
Äthylendiamintetraacetat, Titration 451; siehe auch ÄDTA
Äthylenglykol, Analyse der Glyceride und Ester 145
Äthylenoxidpolymerisate, Analyse 30
Äthylenthioharnstoff, Bestimmung 195
Äthylmethylketon, Farbreaktion 191
Äthylphenole, Bestimmung der Isomeren in Mischungen 211
Äthylthioharnstoff, Bestimmung 195
Afzelin, Fluorescenzreaktion 198
Aktive Komponenten, Verfolgung der Abnahme des Gehaltes in Metol-Hydrochinonentwicklern 154
Aldehyde, Tüpfelreaktion aliphatischer aromatischer und heterocyclischer Aldehyde 440; Nachweis 207; Bestimmung 212; auf Grund der Oxydation mit Silberoxid 206
Aldehydsynthese, Bestimmung von Kobaltcarbonyl in Kohlenwasserstofflösungen 138
Aldoheptosen, Farbreaktionen 448
Aldohexosen, Farbreaktionen 448
Aliphatisch-aromatische Äther, Abtrennung 288
Aliphatische Alkohole, Bestimmung 296
Aliphatische Amine, gaschromatographische Bestimmung 205
Aliphatische Säuren, Sprühreagens auf die Ammoniumsalze 209
Alizarin S, Bestimmung 133
Alizarinsulfonat, als chromophores Reagens 182
Alkali, Bestimmung kleiner Mengen in Aluminium 462
Alkalimetallgruppe, Trennung durch Elektrochromatographie 47
Alkalimethoxide, zur Titration von Dichloressigsäure, β-Naphthylaminhydrochlorid und Ammoniumjodid 445
Alkalität, Bestimmung in Aluminatlösungen 313
Alkohole, Farbreaktion 204; Bestimmung aliphatischer Alkohole 296; Bestimmung in Aerosoldosen 457
Alkoxygruppen, Reaktionen 204
Alkylthiosulfonate, Analyse 205
Allylthioharnstoff, Bestimmung 195
Altax, Nachweis 146
Aluminatlösungen, Analyse 313
Aluminium, colorimetrische Bestimmung 313; chelatometrische Bestimmung 314; Abtrennung und Bestimmung 383; Trennung von Zink 417; Bestimmung neben Mangan, Nickel, Kobalt und Zink 382; Trennung von Nickel 418; Bestimmung in Bronze 128; in Magnesium, Calcium und Thorium 460; in Zinklegierungen 461; in Ton 128; in Aluminatlösungen 313; Einfluß auf die Wolframbestimmung 184; Spektralanalyse von Hüttenaluminium 461; Bestimmung kleiner Alkalimengen 462; von Calcium und Magnesium neben Aluminium 310; von Titan und Uran neben Aluminium 44, 45; von Sulfat in Wasser neben Aluminium 40
Aluminium(III), Bestimmung in Rohr- und Rübenzuckermelasse 148
Aluminiumchlorid, wasserfreies Aluminiumchlorid als Reagens 356
Aluminiumdrahtelektrode, potentiometrische, amperometrische und voltammetrische Studien 132
Aluminiumelektroden, zur Fluoridbestimmung 319
Aluminiumlegierungen, spektralanalytische Untersuchung 284; Bestimmung von Zn und Cd 311; von Eisen 462
Aluminiumoxid, Bestimmung in Silicaten und Eisenerzen 224
Amaranth, Nachweis 79
Ameisensäure, Bestimmung im Kleehonig 385
Americium, Bestimmung in Plutonium 220
Amine, Farbreaktion 204; Identifizierung 449; Titration verschiedenartiger Amine 439; Abtrennung 288; Bestimmung aliphatischer Amine durch Gaschromatographie 205; potentiometrische Titration aliphatischer, aromatischer, primärer, sekundärer und tertiärer Amine nebeneinander 212; Farbreagens auf primäre aromatische Amine 450; Nachweis aromatischer Amine 450; Bestimmung primärer aromatischer Amine 450
Aminoalkohole, Identifizierung 449

Aminoanthrachinone, Trennung und Identifizierung 453
4-Aminoantipyrin, Farbreaktion mit Naphthol und Naphtholsulfosäuren 119
Aminobenzoesäuren, Farbreaktionen 204
Aminogruppen, Bestimmung primärer Aminogruppen 440
Aminonaphtholsulfonsäuren, Reinheitsprüfung 139
4-Aminophenyl-azosalicylsäure, polarographisches Verhalten 452
Aminosäuren, Anfärbung 236; gaschromatographische Trennung und Bestimmung 1; Trennung durch Elektrophorese bei hohen Spannungen 137; Elektrophorese auf Cellulosepulver 238; Trennung an Ionenaustauschern 238; Bestimmung im Urin mit Ninhydrin 238
4-Aminosalicylsäure, zur Bestimmung von Thorium 316
Ammoniak, Farbreaktion 193; Bestimmung in Wasser 457; Bestimmung von Kohlendioxid in wasserfreiem Ammoniak 456
Ammonium, komplexometrische Bestimmung neben Kalium 305; Einfluß auf den Silbernachweis 126
Ammoniumjodid, Titration 445
Ammoniumnitratdünger, Bestimmung von Stickstoff 227
Ammoniumnitrat-Kalkdünger, Bestimmung von Stickstoff 227
Ammoniumsalze von aliphatischen Säuren, Bestimmung mit diazotiertem p-Nitranilin 209
Ammoniumverbindungen, Titration quartärer Ammoniumverbindungen in nichtwäßrigen Lösungen 439
Amperometrie, an der rotierenden Aluminiumdrahtelektrode 132
Amylalkohol, gaschromatographische Prüfung auf seine Eignung zur Fettbestimmung 385
Amylase, Mikrobestimmung von Plasmaamylase 159
Amyloid, Bestimmung in Pflanzen 140
Anabasin, Bestimmung 80
Analysatoren, polarographische Daueranalysatoren unter Verwendung der Kohlenstoffanode als Meßelektrode 295
Analyse, Schwefelwasserstoff-Acetonlösung als Fällungsreagens 135; Sediment-Analyse durch Lumineszenzspektroskopie 140; Beitrag zur infrarotspektroskopischen Simultananalyse 333; Anwendung von Radiofrequenzmethoden 133
Analytische Chemie, Anwendung von Wechselstrommethoden 133
Anatabin, Bestimmung 80
Anhydrohydroxyprogesteron, Farbreaktion 359
Anilin, Farbreaktion 191; photometrische Bestimmung in Gemischen 267; Bestimmung in Mischungen 212; Bestimmung neben Glycerin 209; Nachweis von Stickstoff 68
Anilindiphenylaminreagens, Sprühreagens auf Zucker 448
Anisaldehyd, R_f-Wert 433
Anorganische Stoffe, Farbreaktionen 193
Anthracen, Bestimmung 289
Anthron, Bestimmung 452
Antimon, Bestimmung 299; photometrische Bestimmung 374; Abtrennung 250; von Germanium zur Bestimmung neben der 10—100fachen Menge Germanium 52; Bestimmung in Bronze 128; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184
Antimon(III), Oxydation mit Bleitetraacetat 132
Antimonsulfid, Bestimmung von Eisen, Blei und Arsen 230
Antimon(III)-sulfid, Bestimmung von Schwefel und Antimon(V)-sulfid 229
Antimon(V)-sulfid, Bestimmung in Antimon(III)-sulfid 229
Antipyrin, Bestimmung 80, 215
Apfelsaft, gaschromatographische Analyse 70
Apigenin, Fluorescenzreaktion 199
D-Arabinose, Bestimmung der Methylpyranoside 446
Arginin, Bestimmung im Kohl 72
Argon, Analyse 21
Aromaten, Abtrennung von Polyaromaten 288
Aromatische Äther, Abtrennung 288
Aromatische Kohlenwasserstoffe, Bestimmung 296
Arsen, Bestimmung 299; polarographische Bestimmung 374; Abtrennung 250; Bestimmung in Antimonsulfid 230; in organischen Substanzen 69; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Thalliumbestimmung in Thalliumerzen 225; auf die Wolframbestimmung 184
Arsen(III), Oxydation mit Bleitetraacetat 132; Störung des Jodeinflusses bei der Reaktion mit Cer(IV) 262

Arsenazo, zur Bestimmung von Uran 317
Arsenazo III, zur Trennung von Niob und Thorium 316
Arsenit, Bestimmung mit Natriumchlorit 301
Arsentrioxid, coulometrische Titration mit Brom 291
2-(o-Arsonophenylazo)-1,8-dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure, zur Bestimmung von Zirkonium 371
Arsonsäuren, Polarographie 213
Arylamine, Bestimmung 212
Arylthiosulfonate, Analyse 205
Arylzinnverbindungen, Bestimmung 438
Ascaris lumbricoides Var. Suis, Bestimmung des Tricarbonsäurecyclus 232
Aschen, Bestimmung von Uran in Kohlenaschen 51
Ascorbinsäure, Verhalten gegenüber Nitroverbindungen 204; Bestimmung 77; chromatographische Bestimmung 78; Bestimmung in Pflanzenmaterial 78
Asparaginsäure, Abtrennung durch Elektrophorese bei hohen Spannungen 137
Astragalin, Fluorescenzreaktion 198
Atropin, Bestimmung 296
Auslaugungsrückstände, Bestimmung von Uran 129
Azid-Jod-Reaktion, bei der Bestimmung von Rhodanidspuren 368; zur Bestimmung von Thiosulfat- und Sulfid 56
Azofarbstoffe, zur Bestimmung von Calcium neben Magnesium 309; Bestimmung mit Vanadium(II)-sulfat 451
Azoverbindungen, Bestimmung 213; Bestimmung von Stickstoff 67
Azoxyverbindungen, Reagentien zum Nachweis von Kationen 301

Barbitursäure, Farbreaktion 191
Barium, komplexometrische Bestimmung 310; Bestimmung neben anderen Stoffen 311; neben Zink, Blei oder Wismut 301; Einfluß auf die Wolframbestimmung 184; Titration von Calcium neben Barium 309
Bariummetall, Bestimmung spurenweiser Beimengungen 219
Basen, Titration sehr schwacher Basen in wasserfreier Essigsäure mit Perchlorsäure 444
Basenüberschuß, Bestimmung im menschlichen Körper 232; im Blut 232
Basidiomycete, Bestimmung der Carboxymethylcellulase-Aktivität 157
Beimengungen, Bestimmung von Spurenbeimengungen in Barium- und Strontiummetall 219
Benedicts Reagens, als Indicator für phenolische ortho-Dihydroxygruppen 196
Benzhydroxamsäure, zur Bestimmung von Vanadium(V) 55; zur Trennung und Nebeneinanderbestimmung von Vanadium und Eisen 56
Benzidin, Farbreaktion 192
Benzil, Bestimmung 452
Benzine, Kohlenwasserstoff-Gruppenanalyse 141
Benzochinonimin, Bestimmung der Hydrolysiergeschwindigkeit 294
Benzoesäure, Trennung 452
Benzol, Bestimmung 296
Benzole, Bestimmung von Thiophen und Thionaphthen 141
Benzophenon, Bestimmung 452
Benzoylchlorid, Bestimmung des Säurechloridgehaltes 272
N-Benzoyl-L-tyrosinäthylester, zur Bestimmung von Chymotrypsin 158
Benzthiazolderivate, Nachweis 146
Bernsteinsäure, Bestimmung im Kleehonig 385
Beryllium, Nachweis 308; Bestimmung in Sedimenten und natürlichen Wässern 226; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Kobalt 219; Radiochemie 284 [L]
Berylliumoxid, Bestimmung von Kobalt 219
Bienenwachs, Bestimmung in Wachskompositionen 142
Biologisches Material, Bestimmung von Zink 233; von Nitrat 234; von Vanadium 235; von Chlorid 236; röntgenfluorimetrische und aktivierungsanalytische Bestimmung von Brom 199
Biotin, Bestimmung 77; Abtrennung 76
Bismuthiol(II), zur Bestimmung von Tellur 378
Bispyrazolon, zur Bestimmung von Ammoniak in Wasser 457
Bithionol, Bestimmung in Futtermitteln 149
Blei, Bestimmung 370; durch Ringofentüpfelcolorimetrie 130; Abtrennung 249, 250, 307; Bestimmung neben Barium 311; neben viel Indium 371; Trennung von Zinn(IV) 370; Bestimmung neben Zinn und Zink in

Legierungen 464; Bestimmung in urgeschichtlichen Legierungen 458; in Bronze 128; von Spuren in Indiummetall 463; von Spuren in Eisen und Stahl 394; Bestimmung in Mineralien 226; im Glas 228; in Antimonsulfid 230; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Calcium oder Magnesium 301; von Strontium oder Barium 301; von Titan und Uran neben Blei 44, 45; von Mangan 302; von Nickel neben Blei 302
Blei(II), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Bleisulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Bleitetraacetat, zur Oxydation verschiedener Elemente 132
Blockpolymerisate von Äthylen- und Propylenoxid, Analyse 30
Blut, Bestimmung verschiedener Werte 232; von Nitrat 234; Schnellbestimmung von Salicylat 398
Blutplasma, Bestimmung von Hydrogencarbonat 233
Blutserum, Bestimmung von Kalium 47; von Kalium und Natrium 286; von Wolfram 235
Bodenauszüge, Bestimmung von Sulfat 227
Bor, Bestimmung mit 1,1′-Dianthrimid 58; Bestimmung in Reaktorgraphiten 221; im Stahl 391
Borat, Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 186
Borcarbidelektrode, Charakteristik 303
Borsäure, alkalimetrische Bestimmung 80
Braunkohle, Analyse des Schwelwassers der Hochtemperaturverkokung 140
Brenzcatechin, zur Bestimmung von Molybdat 58
Brenzcatechinviolett, zum Nachweis von Organozinnverbindungen 438
Brenztraubensäureäthylester, Identifizierung in Weißbrot 385
Brillantgrün, zur Bestimmung von Rhenium 102; von Bor in Stählen 391
Brom, Nachweis von elementarem Brom 353; Verwendung zur coulometrischen Titration von Hydrazin 293; von Arsentrioxid 291; zur Eisen(II)-bestimmung 382; Bestimmung in Ausgangslaugen und entbromierten Laugen bei der Bromdarstellung 231; röntgenfluorimetrische und aktivierungsanalytische Bestimmung in biologischem Material 199; Bestimmung der Verunreinigungen 231
Bromat, Nachweis 353
Bromid, Extraktion 83; Mikrobestimmung 381; Titration mit Hypochlorit 381; Bestimmung mit 1,1′-Dianthrimid 58; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Wolframbestimmung 185
p-Bromnitrobenzol, Tüpfelreaktion 211
Bromphenolblau, Adsorptionsindicator bei der Quecksilber(I)-bestimmung 312; zur Anfärbung von Proteinen 236
Bromwasserstoff, Bestimmung in Brom 231
Bronze, spektralanalytische Untersuchung 128; Bestimmung von Blei 458
Brot, Identifizierung von Carbonylverbindungen in Äthanolextrakten von Weißbrot 385; Bestimmung von Vitamin B_6 387
Butanale, gaschromatographische Analyse in Gemischen 137
Butanole, gaschromatographische Analyse in Gemischen 137
Butazolidin, Bestimmung 215
Butoxygruppen, Reaktionen 204
Butter, Bestimmung von Kochsalz 387
Butteröl, gaschromatographische Analyse 70
Buttersäure, Bestimmung im Kleehonig 385
n-Butylaldehyd, Bestimmung in Vinylacetat 442
Butylamine, Bestimmung 206; in Mischungen 212
1-Butyl-3p-carboxyphenylsulfonylharnstoff, Bestimmung im Urin 396
1-Butyl-3p-toluolsulfonylharnstoff, Bestimmung von Stoffwechselprodukten im Urin 396

Cadmium, Extrahierbarkeit des Chelates mit PAN 136; Bestimmung durch Ringofentüpfelcolorimetrie 130; komplexometrische Bestimmung 242; Grenzen der Simultanbestimmung mit Zink 426; Abtrennung 249, 250; amperometrische Titration neben Zink 311; Bestimmung neben viel Indium 371; Bestimmung in Meerwasser 458; von Spuren in Indiummetall 463; Bestimmung in Mineralien 226; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Ba-

rium neben Cadmium 311; von Indium neben Cadmium 52
Cadmiumpiperazinrhodanid, Fällung 216
Cadmiumsulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Caesium, elektrochromatographische Abtrennung 47; Abtrennung von Kalium mit Hexachlorotellursäure 48; Bestimmung von Barium neben Caesium 311
Caesiummethylat, zur Titration von Dichloressigsäure, β-Naphthylaminhydrochlorid und Ammoniumjodid 445
Calcichrome, zum Nachweis von Calcium 308
Calcium, Nachweis 308; Bestimmung 301; Bestimmung der Summe mit Magnesium 309; Bestimmung neben Magnesium 309; neben Barium 309; neben Zink 302; neben Zink, Blei oder Wismut 301; neben Aluminium, Eisen und Titan 310; Eignung der flammenphotometrischen und komplexometrischen Bestimmung in Kesselspeisewasser 390; Bestimmung in Eisen und Stahl 391; in Ton 128; in Tricalciumphosphat 228; Einfluß auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Aluminium und Chrom 460; von Stickstoff in metallischem Calcium 460; von Sulfat in Wasser neben Calcium 40
Calciumoxid, Bestimmung in Silicaten und Eisenerzen 224
Calmagit, zur Bestimmung von Calcium plus Magnesium 309
Campherchinon, Bestimmung 452
Capillarblut, Bestimmung einiger Werte 232
Caprolactambetriebe, Bestimmung von Nitrocyclohexan im Abwasser 391
Carbonat, Bestimmung neben Hydrogencarbonat 299; Einfluß auf die Wolframbestimmung 186
Carbonatalkalität, Bestimmung in Aluminatlösungen 313
Carbonsäuren, Trennung von Carbonsäuren und phenolischen Hydroxylgruppen 452
Carbonylgruppen, Bestimmung 440; Mikrobestimmung 439
Carbonylverbindungen, Bestimmung in Äthanolextrakten von frischem Weißbrot 385
Carboxylgruppen, Bestimmung in oxydierter Cellulose 448; Nachweis in Steroiden 399
Carboxymethylcellulase-Aktivität, Bestimmung 157
Carboxytolbutamid, Bestimmung im Urin 396
CDTE, Titration 451
Cellulose, Adsorption von Polonium, 435; Bestimmung von Carboxylgruppen in oxydierter Cellulose 448
Celluloseacetatmembranen, zur Mikroelektrophorese 290
Cellulosederivate, Verfahren der Proteinchromatographie an Cellulosederivaten 397
Cellulosenitrat, Bestimmung von Tris-(2-chloräthyl)-phosphat 153
Cellulosepulver, zur Elektrophorese von Aminosäuren 238
Cer, Bestimmung 315; Bestimmung neben Barium 311; Abtrennung von Thorium 51; Bestimmung in „Fissium" 218; in Eisen und Stahl 393; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 185
Cer-144, Abtrennung 50
Cer(IV), zur Bestimmung von Hydroxysäuren 444; Störung des Jodeinflusses bei der Reaktion mit Arsen(III) 262; amperometrische ascorbinometrische Bestimmung 172
Cer(IV)-sulfatlösung, zur Bestimmung von Hydrochinon 449
Chelatometrie, Solochromschwarz P.V. als Reagens 108, 241; Maskierung von Kationen 301
Chemische Reaktionen, Berechnung der Geschwindigkeitskonstante 293
Chinaldinsäure, Stabilitätskonstante des Eisen(II)-komplexes 437
Chinalizarin, Bestimmung 133
Chinasäure, Fluorescenzreaktion des Kaffeesäureesters 196
Chinolincarbonsäuren, Stabilitätskonstanten der Eisen(II)-chelate 437
Chinolinderivate, Abtrennung 288
Chinolinsäure, Stabilitätskonstante des Eisen(II)-komplexes 437
Chlor, Nachweis von elementarem Chlor 353; Bestimmung nach der Sauerstoffkolben-Methode 69; Bestimmung in Wässern 291; in Brom 231
Chloramin T, zur Bestimmung von Ammoniak in Wasser 457
Chlorat, Nachweis 353; Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Chlorid, Extraktion 83; Bestimmung mit Dibromfluorescein 59; Bestimmung in Tabak 155; in biologischem Material 236; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Wolfram-

bestimmung 185; Bestimmung von Fluorid neben Chlorid 132
Chlorionen, Phloroglucin als Indicator bei der mercurimetrischen Bestimmung 380
4-Chlor-2-methyl-phenoxyessigsäure, Bestimmung in herbiciden Mischpräparaten 152
Chlormethyl-phenoxypropionsäure, Bestimmung von α-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure 444
α-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure, Bestimmung neben anderen Chlormethylphenoxy-propionsäuren 444
6-Chlor-2-methyl-phenoxypropionsäure, Bestimmung der α-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure 444
Chloroform, Untersuchung von verschiedenen Chloroformhandelsformen 443; Bestimmung in wäßrigen Lösungen 207
Chlorogensäure, Fluorescenzreaktion 196
Chloroprenmonomere, Bestimmung in Latices 143
1-p-Chlorphenyl-3-(4-methyl-2-thiazolyl)thioharnstoff, zur Bestimmung von Palladium 62
Chlor-rheniumkomplex, zur Bestimmung von Rhenium 97
Cholesterin, Anfärbung 236; Farbreaktion 359; Abtrennung 157
Cholesterylester, Abtrennung 157
Cholin, Anfärbung 236; Bestimmung 77; Abtrennung 76
Chrom, Nachweis 353; Bestimmung neben Mangan, Nickel, Kobalt und Zink 382; Bestimmung in Magnesium, Calcium und Thorium 460; im Glas 228; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Seltenen Erden neben Chrom in Eisen und Stahl 392; von Titan und Uran neben Chrom 44, 45
Chrom(II), Oxydation mit Bleitetraacetat 132
Chrom(VI), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Chromat, Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Chromatographie, Streubereich der Bestimmungen 287
Chromatopolarographie, in leitsalzfreien Lösungsmitteln 133
Chromotrop 2-B, Indicator bei der Thoriumbestimmung 178
Chronopotentiometrie, mit Stromumkehr 294; Interpretation von Potentialzeitkurven 293
Chymotrypsin, Bestimmung 158
Citrat, Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 185
Citratpuffer, Anwendungen 420; p_H-Werte von Citratpuffern 422
Citronensäure, Bestimmung 299, 444; Störungen bei der Bestimmung 210; Bestimmung im Kleehonig 385
Citrusfrüchte, Nachweis von Diphenyl- und o-Hydroxyphenylphenol in den Schalen 388
Coda-Gruppe, Bestimmung 141
Codein, Bestimmung 80
Coenzyme von Riboflavin, Bestimmung in Tiergewebe 159
Coffein, Titration in wasserfreier Essigsäure mit Perchlorsäure 444
Collidin, Bestimmung 296
Colorimetrie, Berechnungen bei Bestimmungen mit großer Schwankungsbreite 287
Coulometrie, Titration bei konstantem Strom 292; zur Messung hoher Substanzkonzentrationen 291; Gerät zum Arbeiten mit konstantem Strom 291
Crotonaldehyd, Bestimmung in Vinylacetat 442
Cumarine, Fluorescenzreaktionen 197
Cumarsäuren, Fluorescenzreaktion 197
2-Cyancyclopentanon, Bestimmung in Adipinsäuredinitril 445
Cyanid, argentometrische Bestimmung 366
Cyanoferrat(II), Nachweis 353
Cyanoferrat(II) von Natrium und Lithium, zur Bestimmung von Wismut 55
Cyano-Pyridine, polarographische Bestimmung 216
Cycloheptatrien, Bestimmung 294
Cyclohexan, Analyse 16
1,2-Cyclohexandiamintetraessigsäure, Titration 451
Cyclohexanon, Bestimmung neben Cyclohexanonoxim 138
Cyclohexanonoxim, Bestimmung neben Cyclohexanon 138
Cyclohexen, Analyse 16
Cyclopentan, Analyse 16
Cyclopentanon, Bestimmung in Adipinsäuredinitril 445
Cyclopenten, Analyse 16
p-Cymol, Bestimmung 296
Cystein, Untersuchung an der Quecksilbermikroelektrode 26; Bestimmung von Cyanid neben Cystein 367

Cystin, Untersuchung an der Quecksilbermikroelektrode 27; Bestimmung 369

Dalzin, zur volumetrischen Bestimmung von Wismut 376; zur Bestimmung und Abtrennung von Palladium 384
Daphnetin, Fluorescenzreaktion 197
Daphnetin-7-glucosid, Fluorescenzreaktion 197
Daphnin, Fluorescenzreaktion 197
Datiscetin, Fluorescenzreaktion 197
DDT, Bestimmung in Mehl und anderen Nahrungsmitteln 71
DDT-Isomere, Bestimmung und Trennung 151
Dehydroascorbinsäure, Bestimmung 77; Bestimmung im Pflanzenmaterial 78
1-Dehydromethyltestosteron, Farbreaktion 359
Desoxyribonucleinsäure, Anfärbung 236
Dexamethason, Farbreaktion 359
Dextran, Bestimmung der Methylglykoside 446
Diacylperoxide, Bestimmung 442
Diäthylbenzol, infrarotspektroskopische Analyse 348
Diäthyldithiocarbaminat, zur Titration von Zink und Cadmium nebeneinander 311; zur Bestimmung von Wismut 54
1,1′-Diäthylferron, Voltammetrische Bestimmung 297
Diäthylstilböstrol, Bestimmung kleiner Mengen 157
Sym. Diäthylthioharnstoff, Bestimmung 195
Dialkylzinnverbindungen, Bestimmung 438
Diallyl-dithio-carbamido-hydrazin, zur Bestimmung von Wismut 376; zur Bestimmung und Abtrennung von Palladium 384
2,6-Diaminoanthrachinon, Reinheitsprüfung 453
trans-1,2-Diaminocyclohexantetraessigsäure, zur Titration von Calcium neben Barium 309
β,β′-Diaminodiäthyläther-N,N′-tetraessigsäure, zur Abtrennung von Silber, Blei und Quecksilber(II) 307
Diamond Black PBB, zur Bestimmung von Uran(VI) 86
o-Dianisidin, zur Bestimmung von Kobalt 60; voltammetrische Bestimmung 297
1,1′-Dianthrimid, zur Bestimmung von Selen 435; zur Bestimmung von Tellur(IV) 58
Diantipyrylpropylmethan, zur Bestimmung von Gallium 366
2-Diazo-1-naphtholsulfonsäure, Bestimmung von Stickstoff 67
Diazoniumverbindungen, Bestimmung 213
Diazosalicylsäure, Bestimmung von Stickstoff 67
Diazosulfonate, Bestimmung von Stickstoff 67
Diazoverbindungen, Bestimmung von Stickstoff 67
Dibromfluorescein, zur Bestimmung von Chlorid 59
5,7-Dibromoxin, Zersetzung des Tetraphenyloborates 216
Dibutylamin, Bestimmung in Mischungen 212
Sym.-Di-n-butylthioharnstoff, Bestimmung 195
Dichloräthan, Bestimmung in Chloroform 443
1,2-Dichloräthylen, Bestimmung in Chloroform 443
Dichloressigsäure, Titration 445
4,6-Dichlor-2-methylphenoxypropionsäure, Bestimmung der α-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure 444
5,7-Dichloroxin, Zersetzung des Tetraphenyloborates 216
Dichromatpyridinkomplex, zur Bestimmung von Palladium 61
Dicycloparaffine, Bestimmung 141
1,3-Diene, Nachweis homoannularer 1,3-Diengruppen in Steroiden 399
Diester von Äthylen- und Polyäthylenglykol, Analyse 145
Digitoxin, Farbreaktion 359
Diglyceride von Äthylen- und Polyäthylenglykol, Analyse 145
Diglykol, Analyse 35
Dihydronicotyrin, Bestimmung 80
2,2′-Dihydroxyazoxybenzolderivate, zum Nachweis von Kationen 301
Dihydroxybenzoesäuren, Trennung 452
Dihydroxycumarine, Fluorescenzreaktion 197
o-(1,8-Dihydroxy-3,6-disulfo-2-naphthyl-azo)-benzolarsonsäure, Bestimmung 213
Dihydroxygruppen, Benedicts Reagens als Indicator für phenolische Dihydroxygruppen 196
Dihydroxy-phenylessigsäuren, Trennung 452
3,4-Dihydroxyzimtsäure, Fluorescenzreaktion 196
Sym.-Di-isopropylthioharnstoff, Bestimmung 195

5,7-Dijodoxin, Zersetzung des Tetraphenyloborates 216
1,2-Diketogruppen, Nachweis in Steroiden 399
Diliursäure, zur Bestimmung von Magnesium 308
3,5-Dimethoxy-4-hydroxyzimtsäure, Fluorescenzreaktion 197
p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin, zur Quecksilberbestimmung 255
p-Dimethylaminozimtaldehyd, Farbreagens auf primäre aromatische Amine 450
Dimethylanilin, Farbreaktion 191; voltammetrische Bestimmung 297
Dimethylbutane, Analyse 16
Dimethylbutene, Analyse 16
2,21-Dimethyldocosan, Untersuchung 165, 167
2,4-Dimethyldodecan, Untersuchung 167
Dimethylformamid, Lösungsmittel zur polarographischen Bestimmung von Verunreinigungen in Vinylacetat 442
Dimethylglyoxim, zur Bestimmung von Rhenium 97; von Kobalt 60
2,4-Dimethylheptadecan, Untersuchung 167
2,4-Dimethylhexadecan, Untersuchung 167
Dimethylhexane, Untersuchung 167
3,3′-Dimethylnaphthidin, Indicator bei der Bestimmung von Wismut und Thorium 376
Dimethyloctadecan, Untersuchung 167
Dimethyloctan, Untersuchung 165, 167
Dimethylpentadecan, Untersuchung167
Dimethylpentane, Untersuchung 167
N,N-Dimethyl-p-phenylendiamin, voltammetrische Bestimmung 297
Dimethylsulfoxid, stationäre Phase in der Gaschromatographie 204
2,4-Dimethyltetradecan, Untersuchung 167
Dimethylthiocarbamide, Bestimmung 441
Dimethylthioharnstoffe, Bestimmung 195
2,4-Dimethyltridecan, Untersuchung 167
2,4-Dimethylundecan, Untersuchung 167
2,4-Dinitranilin, Tüpfelreaktion 211
3,4-Dinitroacetanilid, Tüpfelreaktion 211
p-Dinitrobenzol, Tüpfelreaktion 211
2,4-Dinitrochlorbenzol, Tüpfelreaktion 211
Dinitroglykol, Bestimmung 445
2,2′-Dinitromethylendiphenylamin, Tüpfelreaktion 211
2,4-Dinitrophenol, Tüpfelreaktion 211
2,4-Dinitrophenylhydrazin, Tüpfelreaktion 211
3,5-Dioxy-1,2-diphenyl-4-n-butylpyrazolidin, Bestimmung 215
Diphenyl, Nachweis in Schalen von Citrusfrüchten 388
Diphenylamin, Nachweis von Stickstoff 68
Diphenylamin-Anilin-Sprühreagens, Farbreaktion auf Zucker 448
Diphenylcarbazid, zur Bestimmung von Rhenium 97
Diphenylcarbazon, Indicator bei der Bestimmung von Quecksilber(I) mit Kaliumhexacyanoferrat(III) 312
sym.-Diphenylcarbazon, zur Bestimmung von Rhodium 62
Diphenylthiosemicarbazid, zur Bestimmung von Rhenium 97
Dipropylenglykol, Analyse 35
Distickstoffoxid, Nachweis in Schlagsahne 73
Disulfid des Thioäthanolamins, Bestimmung 441
Disulfiram, toxikologische Bestimmung 160
Dithizon, zur Mikrobestimmung von Zink 311
Doppelbindungen, Nachweis ditertiärer Brückendoppelbindungen in Steroiden 399
Dreistoffgemische, thermomikroskopische Analyse 300
Druck, verminderter Druck in der Gaschromatographie 288
Dünger, Bestimmung von Stickstoff in festem Stickstoffdünger 65; des Gesamtstickstoffs in Ammoniumnitratdünger und Ammoniumnitrat-Kalkdünger 227
Dünnschichtchromatographie, zur Identifizierung von Weichmachern 147
Dysprosium, gleichzeitige Bestimmung mit Scandium 49

Eichkurven, Aufstellung unter Berücksichtigung des Streulichtfehlers im UV 130
Eier, Bestimmung von natürlichen Farbstoffen 74
Einschüttlungsverfahren, Verwendung in der Spektralanalyse 128
Einsprühverfahren, Verwendung in der Spektralanalyse 128
Eisen, Bestimmung durch Ringofentüpfelcolorimetrie 130; maßanalyti-

sche Bestimmung kleiner Mengen 382; Abtrennung und Bestimmung 383; Trennung von Kupfer und Nikkel 418; Bestimmung neben Barium 311; Abtrennung von Zink 417; Bestimmung neben Vanadium mit Benzhydroxamsäure 56; neben Mangan, Nickel, Kobalt und Zink 382; von Kobalt 419; Bestimmung in Bronze 128; in Magnesiumlegierungen 286; in Aluminiumlegierungen 462; in metallischem Uran 220; Bestimmung des Gesamteisengehaltes in Silicaten und Eisenerzen 224; in Ton 128; im Glas 228; in Antimonsulfid 230; in phosphatarmen Futtermittelgemischen 382; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Calcium 391; von Calcium und Magnesium neben Eisen 310; von Zink 221; Abtrennung und Bestimmung der Seltenen Erden 392; Bestimmung von Zinn 394; von Bleispuren 394; von Titan und Uran neben Eisen 44, 45; von Sulfat in Wasser neben Eisen 40; Radiochemie 284 [L]

Eisen(II), Oxydation mit Bleitetraacetat 132; Bestimmung mit Natriumchlorit 301; mit elektrolytisch erzeugtem Brom 382; mit 3-Acetyl-4-hydroxycumarin 59

Eisen(III), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96; Extrahierbarkeit des Chelates mit PAN 136; amperometrische ascorbinometrische Bestimmung 172; Bestimmung in Rohr- und Rübenzuckermelasse 148

Eisen(III)-chlorid, zur Oxydation von Kobalt(II) in 1,10-Phenanthrolinlösung 60; Abtrennung 130

Eisenerze, Schnellanalyse 224

Eisen(II)-komplexe mit Pyridin- und Chinolincarbonsäuren, Stabilitätskonstanten 437

Eisenoxid, Bestimmung in Silicaten und Eisenerzen 224

Eisen(III)-salzlösung, zur Bestimmung von Uran(IV) 51

Eiweiß, Fällung mit Sulfosalicylsäure bei der Chloridbestimmung in biologischem Material 236; Bestimmung im Harn 236

Elektrochemische Analysenverfahren, Einteilung 131

Elektroden, Siebelektrode für die Spektralanalyse 128; Anwendung des Zerstäubungsverfahrens mit durchbohrten Elektroden 286; Rolle der Gegenelektrode bei gleichgerichteten Funkenentladungen 285; Voltammetrie mit Wechselstrom an festen Elektroden 297; Quecksilbertropfelektrode für Messungen in stationären Medien 296; Untersuchung an der Quecksilbermikroelektrode 24; Charakteristik der Borcarbidelektrode 303; voltammetrische, potentiometrische und amperometrische Studien an der Aluminiumdrahtelektrode 132; Verwendung von Aluminiumelektroden für Fluoridbestimmungen 319; Kohlenstoffanode als Meßelektrode in der Polarographie 295

Elektrolysen, bei konstantem Potential 293

Elektrophorese, zur Stofftrennung durch Ionenwanderung 131; Mikroelektrophorese an Celluloseacetatmembranen 290

Elementaranalyse, Oxydation organischer Verbindungen im Verbrennungsrohr 63; Bestimmung von Feuchtigkeit in organischen Verbindungen 320; Halbmikroverfahren zur C-H-Bestimmung 63; Absorption von Stickoxiden durch Mangandioxid bei der C-H-Bestimmung 64; gleichzeitige Bestimmung von C, H und N 64; Bestimmung von Stickstoff in organischem Material 66, 67; von Stickstoff in nitrathaltigen organischen Stoffen 64; Nachweis von Stickstoff und Schwefel 67; Kolbenverbrennung zur Mikrobestimmung von Phosphor in organischen Substanzen 68, 320; Bestimmung von Arsen in organischen Substanzen 69; von Chlor nach der Sauerstoffkolbenmethode 69

Endpunkt, Bestimmung bei potentiometrischen Titrationen 275

Endrin, Mikrobestimmung 151; toxikologische Bestimmung 160

Eosin, Nachweis 79

Ephedrin, Farbreaktion 204; Bestimmung 80

Epichlorhydrin, Bestimmung von Beimengungen in technischem Epichlorhydrin 139

Epoxygruppen, Bestimmung in nicht gehärteten Epoxyharzen 143

Epoxyharze, Bestimmung von Epoxygruppen in nicht gehärteten Epoxyharzen 143

Erbium, schnelle Bestimmung kleiner Mengen 316; spektrophotometrische Titration mit ÄDTA-Lösung 315

Erdgas, Bestimmung von Helium 455
Erdöl, geologische Grundlagenforschung, lumineszenzspektroskopische Sediment-Analyse 140
Erdölfraktionen, Gruppenanalyse 168
Erdölprodukte, Bestimmung von Phosphor 395
Erythrosin, Nachweis 79
Erze, Bestimmung von Kupfer 224; von Silber in Erzen mit geringem Kupfergehalt 224; von Uran 129; von Tellur 379
Essigsäure, Nachweis 204; Bestimmung im Kleehonig 385; Prüfung auf Glyoxalsäure 204
Eugenol, Farbreaktion 191
Europium- 152, Abtrennung 50
Explosive Präparate, Bestimmung von Phosphor 153
Explosivstoffe, Nachweis von Mononitrotoluolen 154
Extraktive radiometrische Titrationen, Prinzipien 134

„Fallout", Analyse auf langlebige Spaltprodukten 218
Farbige Stoffe, Adsorption aus Farbreaktionen 190
Farbreaktionen, Adsorption farbiger Stoffe 190
Farbstoffe, brauchbare mobile Phase für die Papierchromatographie von Lebensmittelfarbstoffen 79; Bestimmung des Isopropylätherextraktes von Lebensmittelfarbstoffen 389; Bestimmung von natürlichen Farbstoffen in Eiern 74
Ferrocen, voltammetrische Bestimmung 297
Ferulasäure, Fluorescenzreaktion 197
Fett, gaschromatographische Prüfung des Amylalkohols auf die Eignung zur butyrometrischen Fettbestimmung nach Gerber 385; Nachweis laurinsäurehaltiger Fremdfette in Kakaobutter 70
Fettsäuren, gaschromatographische Trennung unveresterter Fettsäuren 208; Trennung von unverzweigten, gesättigten, ungesättigten und hydroxylierten Fettsäuren 443; Analyse der Methylester in Milch 73
Feuchtigkeit, Bestimmung in Silicaten und Eisenerzen 224; in organischen Verbindungen 320
Filterpapierscheiben-Methode, Anwendung in der Spektralanalyse 286
Fissium, Analyse auf Cer und Lanthan 218; Bestimmung von Zirkonium 462
Flammenphotometrie, Einfluß der Viscosität der Lösung auf die Zerstäubungsverhältnisse 287; Untersuchung der flammenphotometrischen Eigenschaften der Übergangselemente 287; Veränderungen am Baird-Flammenphotometer 286
Flavone, Fluorescenzreaktion 199
Flavonolaglyca, Fluorescenzreaktion 197
Flavonolglykoside, Fluorescenzreaktion 198
Fleischerzeugnisse, Bestimmung von Stärke 74
Flotationsabfälle, Bestimmung von Schwefel 227
Flüchtige Bestandteile, Bestimmung in Lebensmitteln 70; in Silicaten und Eisenerzen 224
Flüssigkeiten, Bestimmung der ^{14}-C-Aktivität in niedrig siedenden Flüssigkeiten 300; Bestimmung von Fluorid 380
Flugstaub, Bestimmung von Rhenium 106
Fluor, Bestimmung in Uran- und Thoriumfluorid 229
Fluorenon, Bestimmung 453
Fluorescenzindicatoren, zur Titration von Fluoriden 436
Fluorid, Nachweis durch Tüpfelreaktion 436; Bestimmung 217; Titration 436; Bestimmung an Aluminiumelektroden 319; Bestimmung mit 1,1'-Dianthrimid 58; Bestimmung geringer Gehalte in Flüssigkeiten 380; amperometrische Bestimmung in Gegenwart von Chlorid und Perchlorat 132; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 185
Fluorwasserstoff, automatischer Monitor zur Bestimmung in der Luft 217
Fluoxymesteron, Farbreaktion 359
Folsäure, Abtrennung 76
Formaldehyd, Farbreaktion 191; Identifizierung in Weißbrot 385; Bestimmung in technischem Urotropin 206
Fraxetin, Fluorescenzreaktion 197
Fraxetin-8-glucosid, Fluorescenzreaktion 197
Fraxin, Fluorescenzreaktion 197
Fremdfett, Nachweis laurinsäurehaltiger Fremdfette in Kakaobutter 70
Fruchtsäfte, Bestimmung von Zucker 447
Fructose, Farbreaktionen 448; Bestimmung 210
Früchte, Bestimmung von Zucker 447

Fuchsin, zur Bestimmung von Rhenium 97, 102
Funkenentladungen, Rolle der Gegenelektrode in der Spektralanalyse 285
Funktionelle Gruppen, Reaktionen mit Jodwasserstoffreagentien 204
Furane, Abtrennung 288
Furfurol, Identifizierung in Weißbrot 385
Furyldioxim, zur Bestimmung von Rhenium 97
Fuselöl, Nachweis in Äthylalkohol 204
Futter, Bestimmung von Serpasil in Geflügelfutter 148
Futtermittel, Bestimmung von Nitrat 234; von Eisen in phosphatarmen Futtermittelgemischen 382; von 2,4,6-Trichlorphenol 150; von Trithiadol 149; von Nithiaziden 149

D-Galaktose, Bestimmung der Methylpyranoside 446
Galangin, Fluorescenzreaktion 197
Gallium, Extrahierbarkeit eines Chelates 136; photometrische Bestimmung 366; Bestimmung durch Fällung mit Diantipyrilpropylmethan 366; durch Titration mit Kupferronlösung 365
Galvanisches Element, zur Bestimmung von Metallionen 298
Gas, Bestimmung des Naphthalingehaltes in Stadtgas 455
Gasabsorptionsvorrichtung 303
Gaschromatograph, Kombination mit Massenspektrometer zur Analyse organischer Stoffe 12
Gaschromatographie, Untersuchungen unter vermindertem Druck 288; Beziehungen zwischen Wirkungsgrad, Durchmesser und Länge der Trennsäule 288; Schmelzen von Salzmischungen als flüssige Phasen 288; Verwendung von Dimethylsulfoxid und Sulfolan als stationäre Phase 204; Anwendung in der Toxikologie 160; infrarotspektrometrische Untersuchung von Fraktionen 289; einfache Apparatur 289
Gase, gaschromatographische und massenspektrometrische Analyse permanenter Gase 21; Radiochemie seltener Gase 284 [L]
Gaszählrohr, zur Messung von ^{14}C- und ^{3}H-Aktivitäten 299
Geflügelfutter, Bestimmung von Serpasil 148
Geraniol, Farbreaktion 191
Germanium, polarographische Bestimmung 369; Bestimmung mit Hilfe von Molybdänblau 369; mit 1,1'-Dianthrimid 58; Abtrennung von Antimon 52; Bestimmung von Antimon neben der 10—100fachen Germaniummenge 52
Germanium(IV), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Gerstenblattpreßsaft, Untersuchung 137
Geruchstoffe, Bestimmung in Milch 72
Geschmacksstoffe, Bestimmung in Milch 72
Gesteinsdünnschliffe, luminescenzspektroskopische Sediment-Analyse 140
Gesteinsproben, Bestimmung von Uran 51
Getreideöl, gaschromatographische Analyse 70
Gitoxin, Farbreaktion 359
Glas, Adsorption von Polonium 435; Untersuchung nach chemisch-physikalischen Methoden 228
Gleichgewichtskonstante, Bestimmung bei potentiometrischen Titrationen 275
Gluconsäure, Bestimmung im Kleehonig 385
Glucose, Bestimmung 210; in Honig 71
D-Glucose, Bestimmung der Methylpyranoside 446
Glutamin, Bestimmung im Kohl 72
Glutaminsäure, Abtrennung durch Elektrophorese bei hohen Spannungen 137
Glycerin, Reaktionen 204; Bestimmung neben Anilin 209
Glykolsäure, Bestimmung 444
Glyoxalsäure, Nachweis in Essigsäure 204
Gold, Bestimmung in Meerwasser 458; in Legierungen 218; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Wolframbestimmung 185; Bestimmung von Silber 460
Gold(III), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96; gravimetrische Bestimmung mit Thioglykolsäure 49
Goldlegierungen, Bestimmung von Silber und Gold 218
Goldsulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Granit, Bestimmung von Lanthan und Scandium 225
Graphite, Bestimmung von Bor in Reaktorgraphiten 221
Graphitscheibe, Lösungsspektralanalyse mit rotierender Graphitscheibe 285
Guar-Gummi, Bestimmung der Methylglykoside 446
Gußeisen, Bestimmung von Silicium 222

Hämoglobin A_2, Bestimmung an Stärkegel 400
Hafnium, chromatographische Abtrennung von Zirkonium 372
Halogeno-Pyridine, polarographische Bestimmung 216
Harn, Bestimmung von Nitrat 234; von Normetanephrin und Metanephrin 156; von Eiweiß 236; siehe auch Urin
Harnstoff, Titration in wasserfreier Essigsäure mit Perchlorsäure 444
Harze, Bestimmung von Epoxygruppen in nicht gehärteten Epoxyharzen 143
Hefe, Bestimmung von Vitaminen der B-Gruppe 77
Helium, Bestimmung in Neonkonzentraten und Erdgas 455
2-Heptanon, Nachweis 207
Herbicide, Analyse von Mischpräparaten aus 4-Chlor-2-methylphenoxyessigsäure und 2,3,6-Trichlorbenzoesäure 152
Herniarin, Fluorescenzreaktion 197
Heterocyclen, Bestimmung schwefelhaltiger Heterocyclen in Benzolen und Naphthalinen 141
Hexachlorotellursäure, zur Trennung von Kalium und Caesium 48
Hexacyanoferrat(II), Zersetzung in der Analyse 123; Bestimmung bei der Untersuchung von Sirup 71
Hexacyanoferrat(III), zur Bestimmung von Quecksilber(I) 312
Hexacyanoferrat(II)-maßlösungen, zur Bestimmung von Quecksilber(I)-ionen 312
Hexacyanoferrat(II)-oxydation, voltammetrische Bestimmung 297
Hexadien, Analyse 16
Hexahydro-1,3,5-trinitro-5-triazin, Bestimmung von Tris-(2-chloräthyl)-phosphat 153
Hexamethylentetramin, zur Trennung dreiwertiger Kationen von zweiwertigen 416
Hexanal, Identifizierung in Weißbrot 385
Hexane, Analyse 16
Hexen, Analyse 16
Hexosen, Bestimmung in Hydrolysaten 447
Hochfrequenzmethoden, in der analytischen Chemie 133
Hochfrequenztitrationen, Anwendung in der Analyse 133; acidimetrische und jodometrische Titrationen 299
Hochtemperaturverkokung von Braunkohle, Analyse des Schwelwassers 140
Holmium, Anwendung der Neutronen-Aktivierungsanalyse auf die Polarographie von Holmium 50
Homoannulare 1,3-Diengruppen, Nachweis in Steroiden 399
Honig, Analyse 71; Trennung und Identifizierung der organischen Säuren des Kleehonigs 385; Feststellung des Honigtaugehaltes 389
Honigfarbe, Klassifizierung 71
Honigtau, Feststellung im Honig 389
Hüttenaluminium, Spektralanalyse 461
Hydrazin, differentialelektrolytische potentiometrische Titration mit elektrolytisch erzeugtem Brom 293
2-Hydrazinobenzthiazollösung, zum Nachweis von Aldehyden 441
Hydrazinverbindungen, Bestimmung von Stickstoff 67
Hydrochinon, Bestimmung durch Titration mit Cer(IV)-sulfatlösung 449
Hydrocortison, Farbreaktion 359
Hydrogencarbonat, Bestimmung neben Carbonat 299; Bestimmung im Blut 232; im Blutplasma 233
Hydrolysate, Bestimmung von Pentosen und Hexosen 447
Hydroperoxide, Bestimmung 442
Hydroxyäthyläthylendiamintriessigsäure, zur Nebeneinanderbestimmung von Aluminium, Nickel und Mangan 314
Hydroxyaldehyde, Nachweis auf Kieselgelschichtplatten 432
p-Hydroxybenzaldehyd, R_f-Wert 433
Hydroxybenzoesäuren, Trennung 452
8-Hydroxychinaldin, zur Bestimmung von Thorium 50
8-Hydroxychinolin, Zersetzung des Tetraphenyloborates 216
7-Hydroxycumarin, Fluorescenzreaktion 197
p-Hydroxydiphenylamin, voltammetrische Bestimmung 297
o-(2-Hydroxy-3,6-disulfo-1-naphthylazo)-benzolarsonsäure, Bestimmung 213
8-Hydroxy-7-jodo-5-chinolinsulfonsäure, zur Bestimmung von Fluorwasserstoff in der Luft 217
Hydroxylgruppen, Bestimmung 440; Nachweis in Steroiden 399; Trennung von Carbonsäuren mit phenolischen Hydroxylgruppen 452
3-Hydroxy-4-methoxyzimtsäure, Fluorescenzreaktion 197
1-(1-Hydroxy-4-methyl-2-phenylazo)-2-naphthol-4-sulfonsäure, zur Bestim-

mung von Calcium plus Magnesium 310
β-Hydroxynaphthaldehyd, zum Nachweis zweiwertiger Kationen 308
o-Hydroxyphenolgruppen, Nachweis in Steroiden 399
o-Hydroxyphenylphenol, Nachweis in Schalen von Citrusfrüchten 388
p-Hydroxyphenylpropionsäure, Trennung 452
Hydroxysäuren, Bestimmung durch Reaktion mit Cer(IV) 444
Hydroxyzimtsäuren, Fluorescenzreaktion 197
Hyperosid, Fluorescenzreaktion 198
Hypochlorit, zur Titration von Bromid 381; Nachweis 353
Hypophosphit, Bestimmung neben Phosphat 373

Imidazolderivate, Anfärbung 236
1-Imin-2-cyancyclopentan, Bestimmung in Adipinsäuredinitril 445
Indicatoren, Solochromschwarz P. V. als Indicator bei ÄDTA-Titration 108, 241; metallochrome Indicatoren zur photometrischen Bestimmung von Kupfer 48; Bromphenolblau als Adsorptionsindicator bei der Quecksilber(I)-bestimmung mit Hexacyanoferrat(II) 312; Methylcalcein und Methylcalceinblau bei der Nebeneinanderbestimmung von Aluminium, Nickel und Mangan 314; Titration von Fluoriden mit Fluorescenzindicatoren 436
Indium, Extrahierbarkeit eines Chelates 136; photometrische Bestimmung 366; komplexometrische Bestimmung 51; Bestimmung mit 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol 319; Bestimmung neben Cadmium, Zink und Kupfer 52; Bestimmung von Spuren Cadmium und Blei in Indiummetall 463; von Pb, Cd und Zn neben viel Indium 371; Radiochemie 284 [L]
Indium-Phenanthrolin-Rhodanid-Komplex, zur Abtrennung von Indium 52
Indiumsulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Indol, Farbreaktion 192
β-Indolylbuttersäure, Bestimmung 296
β-Indolylessigsäure, Bestimmung 296
β-Indolylpropionsäure, Bestimmung 296
Infrarotspektroskopie, Simultananalyse in Infrarot 333; Anwendung bei der Untersuchung von Vergiftungsfällen 160
Insecticide, Bestimmung von Thiodan 152
Insekten, Feststellung des Honigtaugehaltes, der Ausscheidungen von Insekten im Honig 389
Intercain, Bestimmung 296
Invertzucker, Nachweis eines Zusatzes in Traubenmost und Wein 70
Ionen, Trennung auf Filterpapierstreifen 130; Störung der katalytischen Aktion in der Sandell-Kolthoff-Reaktion 262
Ionenaustauscher, zur Trennung von Aminosäuren 238
Ionenwanderung, zur Stofftrennung durch Elektrophorese 131
Iridium, Abtrennung von Ni, Cu, Bi und Sn 438
Isoamylalkohol, Bestimmung in n-Amylalkohol 385
Isobutyl-methyl-keton, zur Abtrennung des Palladiums von Niob oder Zirkonium 62
Isochlorogensäure, Fluorescenzreaktion 196
Isoferulasäure, Fluorescenzreaktion 197
Isoparaffine, Analyse 167
Isopropanol, Bestimmung in Aceton 137
Isopropylätherextrakt, Bestimmung von Lebensmittelfarbstoffen 389
Isopropylidensorbofuranosen, Trennung 446
Isoquercitrin, Fluorescenzreaktion 198
Isorhamnetin, Fluorescenzreaktion 197
Isothiocyanate, Abtrennung 288

Job-Methode, kritische Untersuchungen über die Grenzen der Anwendbarkeit der Methode der kontinuierlichen Variation nach Job 321, 401
Jod-131, als radioaktiver Indicator zur Wasseranalyse 217; Bestimmung in Milch 72
Jodat, Nachweis 353
Jod-Azid-Reaktion, bei der Bestimmung von Rhodanidspuren 368; zur Bestimmung von Sulfid oder Thiosulfat 56
Jodid, Lösungsmitteleffekte bei der Elektro-Oxydation 382; Extraktion 83; Nachweis 353; Mikrobestimmung 381; Titration 59; Bestimmung mit Natriumchlorit 301; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Wolframbestimmung 185
Jodidlösung, zur Abtrennung des Palladiums von Niob oder Zirkonium 62
Jodidoxydation, voltammetrische Bestimmung 297
Jodidverbindungen, zur Bestimmung von Palladium 61

Jodoform, Bestimmung durch Photooxydation 208
Jodoformreaktion, auf Aceton 204
Jodverbindungen, Nachweis organischer und anorganischer Jodverbindungen auf Papierchromatogrammen 437
Jodwasserstoffreagentien, Reaktionen mit einer Anzahl funktioneller Gruppen 204

Kaempferid, Fluorescenzreaktion 197
Kaempferol, Fluorescenzreaktion 197
Kaempferol-3-arabinosid, Fluorescenzreaktion 198
Kaempferol-3,5-diglucosid, Fluorescenzreaktion 198
Kaempferolglucoside, Fluorescenzreaktionen 198
Kaempferol-3-rhamnogalaktosido-7-rhamnosid, Fluorescenzreaktion 198
Kaempferol-3-rhamnoglucosid, Fluorescenzreaktion 198
Kaempferolrhamnoside, Fluorescenzreaktionen 198
Kaffeesäure, Fluorescenzreaktion 196
Kaffeesäureester der Chinasäure, Fluorescenzreaktion 196
Kakaobutter, Nachweis laurinsäurehaltiger Fremdfette 70
Kalium, Bestimmung durch seine natürliche Radioaktivität 305; titrimetrische Bestimmung mit Tetraphenyloborat 47; elektrochromatographische Abtrennung 47; Abtrennung von Caesium mit Hexachlorotellursäure 48; komplexometrische Bestimmung neben Ammonium 305; Bestimmung in Aluminium 462; im Glas 228; im Blutserum 286; im Blutserum und Pflanzenmaterial 47; Einfluß auf den Silbernachweis 126
Kaliumchlorat, Bestimmung in Zündholzköpfchen 231
Kaliumdichromat, Bestimmung in Zündholzköpfchen 231
Kaliumhexacyanoferrat(III), Bestimmung mit Kobaltsulfat 59
Kaliumhexacyanoferratlösung, zur Titration von Quecksilber(I)-ionen 312
Kaliumjodid, Bestimmung 80
Kaptax, Nachweis 147
Kartoffelraspel, gaschromatographische Analyse 70
Kationen, Bestimmung von Carboxylgruppen in oxydierter Cellulose mit radioaktiven Kationen 448; Maskierung bei komplexometrischen Titrationen 301; Nachweis mit Azoxyverbindungen 301; Nachweis zweiwertiger Kationen 308; Trennung dreiwertiger von zweiwertigen Kationen 416; Bestimmung von Sulfat im Wasser ohne Entfernung der störenden Kationen 39
Kesselspeisewasser, Eignung der flammenphotometrischen und komplexometrischen Calciumtitration 390; Bestimmung von Sauerstoff 217
Ketaläther, Bestimmung 206
Ketone, Nachweis 207; Abtrennung 288
Ketoperoxide, Bestimmung 442
Ketosäuren, Nachweis 207
Kieselsäure, Bestimmung in Silicaten und Eisenerzen 224; im Glas 228
Kleehonig, Trennung und Identifizierung der organischen Säuren 385
Kobalt, Bezugselement bei der spektralanalytischen Untersuchung von Bronze 128; Nachweis 308; Bestimmung durch Ringofencolorimetrie 130; Bestimmung mit Dimethylglyoxim und o-Dianisidin 60; Trennung von Eisen 419; Bestimmung in Beryllium oder -oxid 219; in Stählen und Legierungen 222; in Glas 228; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Eisen, Aluminium und Chrom neben Kobalt 382
Kobalt-57, Abtrennung aus bestrahltem Nickel 223
Kobalt(II), Oxydation mit Eisen(III)-chlorid in 1,10-Phenanthrolinlösung 60
Kobaltcarbonyl, Bestimmung in Kohlenwasserstofflösungen bei der Synthese von Aldehyden 138
Kobaltchlorid, Abtrennung 130
Kobaltsulfat, zur Bestimmung von Kaliumhexacyanoferrat(III) 59
Kochsalz, Bestimmung in Butter 387
Körper, Bestimmung des Säure- oder Basenüberschusses im menschlichen Körper 232
Kohl, Bestimmung stickstoffhaltiger Nichteiweißverbindungen 72
Kohlenaschen, Bestimmung von Uran 51
Kohlenaschenextrakte, Bestimmung von Uran 51
Kohlendioxid, Bestimmung in wasserfreiem Ammoniak 456
Kohlendioxidpartialdruck, Bestimmung im Blut 232
Kohlenhydrate, Bestimmung in Honig 71
Kohlenstoff, Verwendung einer Kohlenstoffanode als Meßelektrode in der

Polarographie 295; Bestimmung in organischen Verbindungen 63, 64; Absorption von Stickoxiden mit Mangandioxid bei der Kohlenstoffbestimmung in organischen Verbindungen 64
Kohlenstoff-14, Gaszählrohr zur Messung der Aktivität 299
Kohlenstoff-14-Aktivität, Bestimmung in niedrig siedenden Flüssigkeiten 300
Kohlenwasserstoffe, molekülspektroskopische Gruppenanalyse gesättigter Kohlenwasserstoffe 161; gaschromatographische Trennung an verschiedenen stationären Phasen 204; gaschromatographische Trennung von Kohlenwasserstoffen mit hohem Molekulargewicht 205; Bestimmung aromatischer Kohlenwasserstoffe 296; Bestimmung polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe im Tabakrauch 155
Kohlenwasserstoff-Gruppenanalyse, von Benzinen 141
Kohlenwasserstofflösungen, Bestimmung von Kobaltcarbonyl bei der Aldehydsynthese 138
Kohleschiefer, Schnellanalyse 224
Komplexometrie, Solochromschwarz P. V. als Reagens 108, 241; Maskierung von Kationen 301
Konditoreierzeugnisse, Bestimmung von Zucker 447
Konservierungsmittel, Bestimmung von 2,4,6-Trichlorphenol in Futtermitteln 150
Konzentrate, Bestimmung von Schwefel 227
Krabben, gaschromatographische Analyse 70
Kresole, Bestimmung der Isomeren 211, 289
o-Kresotinsäure, zur Bestimmung von Thorium 316
Kristallviolett, zur Bestimmung von Rhenium 102
Kristallwasser, Bestimmung in Magnesiumperchlorattrockenmitteln 136
Kunststoffe, Bestimmung von Triphenylzinnacetat 439
Kupfer, Farbreaktion 194; metallochrome Indicatoren zur spektralphotometrischen Bestimmung von Kupfer 48; Nachweis 135, 308; elektronenmikroskopischer Nachweis von Spuren 306; Bestimmung von Spuren 306; Bestimmung durch Ringofentüpfelcolorimetrie 130; Bestimmung mit Zink-65 als Indicator 134; mit Salicylamidoxim 48; von Cu^{I} als Tetraphenyloborat 49; Abtrennung 249, 250; Bestimmung neben Barium 311; Trennung von Eisen 418; von Palladium 384; Bestimmung in Bronze 128; in Silber 306; von Spuren in metallischem Silber und Silbernitrat 459; in Erzen 224; in Mineralien 226; in Glas 228; Einfluß auf die Silberbestimmung in Erzen 224; auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Indium neben Kupfer 52; der Platinmetalle 438; Radiochemie 284 [L]
Kupfer-64, Darstellung 306
Kupfer(II), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96; Bestimmung in Rohr- und Rübenzuckermelasse 148
Kupferronlösung, zur Bestimmung von Yttrium 314; von Gallium 365
Kupfer-Zink-Blenden, Untersuchung 312
Kupfer-Zinngruppe, Trennung der Sulfide mit Hilfe einer Schwefelwasserstoff-Acetonlösung 135

Lactone, Bestimmung in Honig 71
Lävulinsäure, Bestimmung 209
Lanthan, flammenphotometrische Bestimmung 315; spektrochemische Bestimmung in „Fissium“ 218; Bestimmung in Granit 225
Latex, Bestimmung des Monomerengehaltes 143
Laugen, Bestimmung von Brom in den Ausgangslaugen bei der Bromdarstellung 231
Lebensmittel, gaschromatographische Bestimmung flüchtiger Bestandteile 70; Bestimmung von Vitamin C 77; siehe auch Nahrungsmittel
Lebensmittelfarbstoffe, Nachweis 79; brauchbare mobile Phase für die Papierchromatographie 79; Bestimmung des Isopropylätherextraktes 389
Leber, Bestimmung von Vitamin A-Alkohol neben Vitamin A-Ester 76
Legierungen, Bestimmung von Silber und Gold 218; Bestimmung von Blei in urgeschichtlichen Legierungen 458; von Blei neben Zinn und Zink in Legierungen 464; von Kobalt 222
Leitsalzfreie Lösungsmittel, zur Chromatopolarographie 133
Leucin, Bestimmung 5

Leucrose, Farbreaktionen 448
Lichtelektrische Endpunktsbestimmung, bei Ultramikrotitrationen 302
Lithium, elektrochromatographische Abtrennung 47; Bestimmung in Aluminium 462; Einfluß auf die Wolframbestimmung 184
Lithiumcyanoferrat(II), zur Bestimmung von Wismut 55
Lithiumhexacyanoferratlösung, zur Bestimmung von Quecksilber(I)-ionen 312
Lithiummethylat, zur Titration von Dichloressigsäure, β-Naphthylaminhydrochlorid und Ammoniumjodid 445
Lösungen, Bestimmung von Cyclohexanon neben Cyclohexanonoxim 138
Lösungsmittel, Chromatopolarographie in leitsalzfreien Lösungsmitteln 123
Lösungsspektralanalyse, mit rotierender Graphitscheibe 285
Lorandit, Bestimmung von Thallium neben Arsen 225
Luft, automatischer Monitor für Fluorwasserstoff 217; Bestimmung von Cyclohexanon und Cyclohexanonoxim nebeneinander 138; von Nitrobenzol 454
Lumineszenzmikroskopie zur Sediment-Analyse von Erdöllagerstätten 140
Luteolin, Fluoreszenzreaktion 199
Lutidinisomere, Bestimmung 296

Magnesium, Nachweis 308; Bestimmung 80; komplexometrische Bestimmung 242; Bestimmung mit Diliturs̈äure 308; Bestimmung der Summe mit Calcium 309; Bestimmung neben Calcium 309; neben Zink 302; neben Zink, Blei oder Wismut 301; neben Aluminium, Eisen und Titan 310; Bestimmung in Zinklegierungen 461; in Ton 128; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Aluminium und Chrom 460; Radiochemie 284 [L]
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Silicium, Eisen und Nickel 286; von Zirkonium 371
Magnesiumoxid, Bestimmung in Silicaten und Eisenerzen 224
Magnesiumperchlorattrockenmittel, Bestimmung des Kristallwassers 136
Malachitgrün, zur Bestimmung von Rhenium 102
Malonsäure, Bestimmung 299
Mandelsäure, Bestimmung 444
Mangan, Nachweis 308; chelatometrische Bestimmung 242, 314; Bestimmung als formelreines Mangan(II)-ammoniumphosphat 412; Bestimmung neben Zink oder Blei 302; Bestimmung in Bronze 128; von Spuren in metallischem Uran 220; im Glas 228; in Pulpe 143; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Sulfat in Wasser neben Mangan 40; von Eisen, Aluminium und Chrom neben Mangan 382; Radiochemie 284 [L]
Mangan-56, Darstellung 306
Mangan(II), Extrahierbarkeit eines Chelates 136
Mangan(II, VII), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Mangan(II)-ammoniumphosphat, formelreines Mangan(II)-ammoniumphosphat bei der Bestimmung von Mangan und Phosphat 412
Mangandioxid, zur Absorption von Stickoxiden bei der C-H-Bestimmung 64
D-Mannose, Bestimmung der Methylpyranoside 446
Massenspektrometer, Kombination mit dem Gaschromatographen zur Analyse organischer Stoffgemische 12
Maxima, Unterdrückung polarographischer Maxima mit Hilfe von sulfonierter Phenylstearinsäure 296
Meerwasser, Bestimmung von Au, Bi, Zn und Cd 458
Mehl, Bestimmung von Vitamin B_6 387; von DDT 71
Melasse, Bestimmung verschiedener Metallionen in Rohr- und Rübenzuckermelasse 148
Menschen, Bestimmung des Säure- oder Basenüberschusses im Körper 232
Mercaptane, Bestimmung von Cyanid 367
Mercaptobenzthiazol, Nachweis 147; Bestimmung von Schwefel neben Mercaptobenzthiazol 377
Mesitylen, Bestimmung 296
Metallchelate von 1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol, Extrahierbarkeit 136
Metallionen, Konzentrationsbestimmung einiger Metallionen aus der Änderung der Stromstärke eines galvanischen Elementes 298; Trennung und Bestimmung mit der Ringofentechnik 248

Metanephrin, Bestimmung im Harn 156
Methan, Analyse 21
Methionin, Bestimmung 5
7-Methoxycumarin, Fluorescenzreaktion 197
6-Methoxy-7,8-dihydroxy-cumarin, Fluorescenzreaktion 197
4-Methoxy-diphenylamindiazosulfonsaures Natrium, Bestimmung von Stickstoff 67
6-Methoxy-7-hydroxycumarin, Fluorescenzreaktion 197
3-Methoxy-4-hydroxyzimtsäure, Fluorescenzreaktion 197
Methyläthylketon, Lösungsmittel zur Titration organischer Verbindungen 439; Identifizierung in Weißbrot 385
Methylamine, Bestimmung 206
Methylandrostendiol, Farbreaktion 359
Methylanilin, Bestimmung in Mischungen 212
2-Methylbutan, Untersuchung 167
2-Methylbutanal, Identifizierung in Weißbrot 385
3-Methylbutanol-1, Bestimmung in Amylalkohol 385
Methylbutene, Analyse 16
1-Methylbutylcyanessigsäure, Bestimmung des Methylesters 147
1-Methylbutylidencyanessigsäure, Bestimmung des Methylesters 147
Methylcalcein, Indicator bei der Nebeneinanderbestimmung von Aluminium, Nickel und Mangan 314
Methylcalceinblau, zur Nebeneinanderbestimmung von Aluminium, Nickel und Mangan 314
Methylchlorid, Bestimmung in Chloroform 443
Methylcyclopentan, Analyse 16
S-Methylcysteinsulfoxid, Bestimmung im Kohl 72
2-Methyldecan, Untersuchung 165, 167
4-Methyl-5,7-dihydroxycumarin, Fluorescenzreaktion 197
2-Methyleicosan, Untersuchung 165, 167
Methylenblau, zur Bestimmung von Rhenium 102
Methylenblau-Reduktionsprobe, zur Qualitätsbestimmung von Milch 386
Methylenchlorid, Bestimmung in Chloroform 443
Methylester von Fettsäuren, Analyse in Milch 73
α-Methylformaurin-3,3′-dicarboxylsäure, zur Bestimmung von Aluminium 313
Methylglykoside von Di- und Tri-O-methylhexosen, Tri-O-methylpentosen und Tetra-O-methylhexosen, Bestimmung 446
Methylgruppe, Deformationsschwingungen 164; Bestimmung reaktiver Methylgruppen 450
2-Methylheptan, Untersuchung 167
2-Methylhexadecan, Untersuchung 165, 167
2-Methylhexan, Untersuchung 167
4-Methyl-7-hydroxycumarin, Fluorescenzreaktion 197
Methylisobutylketon, Lösungsmittel zur Uranbestimmung 51; zur Extraktion von Zink in Verchromungsbädern 228
Methylmethacrylat, Bestimmung von Verunreinigungen im monomeren Methylmethacrylat und Pyrohydrolyse des polymeren Methylmethacrylats 146
4-Methylnioxim, zur Bestimmung von Rhenium 97
2-Methylnonan, Untersuchung 165, 167
2-Methyloctadecan, Untersuchung 165, 167
2-Methyloctan, Untersuchung 167
2-Methyloxin, Zersetzung des Tetraphenyloborates 216
Methylpentane, Analyse 16
Methylpentene, Analyse 16
Methylpentosen, Farbreaktionen 448
3-Methylphenoxypropionsäure, Bestimmung der α-(4-Chlor-2-methylphenoxy)-propionsäure 444
Methylpyranoside von Zuckern, Bestimmung 446
Methylrot, Bestimmung von Stickstoff 67
2-Methyltetradecan, Untersuchung 165, 167
N-Methylthiocarbamide, jodometrische Bestimmung 441
Methylthioharnstoff, Bestimmung 195
2-Methyltridecan, Untersuchung 165, 167
2-Methylundecan, Untersuchung 165, 167
Methylviolett, zur Bestimmung von Rhenium 97, 102
Metol-Hydrochinonentwickler, Verfolgung der Abnahme des Gehaltes an aktiven Komponenten 154
Mikroelektrophorese, an Celluloseacetatmembranen 290
Milch, Methylenblau-Reduktionsprobe zur Qualitätsbestimmung 386; Bestimmung flüchtiger Geruchs- und Geschmacksstoffe 72; von Jod-131 72; Analyse der Methylester von

Fettsäuren 73; Bestimmung von Triphenylzinnacetat 439; von Vitamin A-Alkohol neben Vitamin A-Ester 76; Nachweis von Terramycin 73
Milchsäure, Bestimmung 444; im Kleehonig 385
Mineralien, Bestimmung von Pb, Cu, Cd und Zn 226
Mineralöle, Beziehungen zwischen Verzweigung und Naphthenanteil 170
Miosmin, Bestimmung 80
Mischpolymerisate von Äthylen- und Propylenoxid, Analyse 30
Molybdän, komplexometrische Titration 187; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180
Molybdän(VI), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Molybdänblauverfahren, zur Bestimmung von Germanium 369
Molybdänglanz, Bestimmung von Rhenium 106
Molybdat, Bestimmung mit Brenzcatechin 58; Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Molybdovanadiumsäure, zur Vanadiumbestimmung 434
Monoalkylzinnverbindungen, Bestimmung 438
Monochrome Black Blue G, zur Bestimmung von Uran(VI) 86
Monocycloparaffine, Bestimmung 141
Monoester von Äthylen- und Polyäthylenglykol, Analyse 145
Monoglyceride von Äthylen- und Polyäthylenglykol, Analyse 145
Monomeren, Bestimmung in Latices 143
Mononitrotoluole, Nachweis in Explosivstoffen 154
Morin, Fluorescenzreaktion 197
Most, Nachweis von zugesetztem Invertzucker in Traubenmosten 70
Myricetin, Fluorescenzreaktion 198
Myricetin-3-rhamnosid, Fluorescenzreaktion 198
Myricitrin, Fluorescenzreaktion 198
Myrothecium verrucaria, Bestimmung der Carboxymethylcellulase-Aktivität 157

Nahrungsmittel, Bestimmung von Vitamin C 77; von DDT 71; siehe auch Lebensmittel
Naphthalin, Bestimmung im Stadtgas 455; Bestimmung von Thiophen und Thionaphthen in Naphthalin 141
Naphthalinsulfonsäuren, Trennung und Bestimmung 449
Naphthene, Beziehungen zwischen Verzweigung und Anteil in Mineralölen 170
Naphthole, Farbreaktionen 119
Naphtholsulfonsäuren, Farbreaktionen 119
β-Naphtholviolett-dinatriumsalz, Bestimmung von Stickstoff 67
1-Naphthylamin, Farbreaktion 192
β-Naphthylaminhydrochlorid, Titration 445
Naphthylaminsulfonsäuren, voltammetrische Bestimmung 297
α-Naphthylessigsäure, Bestimmung 296
Narcotinsäure, Bestimmung 296
Natrium, Bestimmung durch Atomabsorptionsspektroskopie 304; elektrochromatographische Abtrennung 47; Bestimmung in Aluminium 462; im Glas 228; im Blutserum 286; Einfluß auf den Silbernachweis 126; Bestimmung von Sulfat in Wasser neben Natrium 40
Natriumalizarinsulfonat, als chromophores Reagens 182
Natriumchloritlösungen, als oxydierendes Agens in der Titrimetrie 301
Natriumcyanoferrat(II), zur Bestimmung von Wismut 55
Natriumhexacyanoferratlösung, zur Bestimmung von Quecksilber(I)-ionen 312
Natriumsulfit, Bestimmung 299
Natriumvanadat, zur Bestimmung von Uran 317
Neodym, Bestimmung in bestrahltem Plutonium 463
Neon, Trägergas bei der gaschromatographischen Heliumbestimmung in Neonkonzentraten und Erdgas 455
Neonkonzentrate, Bestimmung von Helium 455
Neothoron, zur Bestimmung von Zirkonium 371
Neptunium, Bestimmung in Plutonium 220
Neucoccin, Nachweis 79
Neutronenabsorptiometrie, indirekte Neutronenabsorptiometrie 133
Niacin, Bestimmung 77; Abtrennung 76
Nichteiweißverbindungen, Bestimmung im Kohl 72
Nickel, Bezugselement zur spektralanalytischen Untersuchung von Ton 128; Extrahierbarkeit eines Chelates 136; Nachweis 308; chelatometrische Bestimmung 314; Bestimmung durch anodische Auflösung 383; Bestimmung neben Zink oder Blei 302; Trennung von Eisen und Aluminium

418; Abtrennung von Palladium 384; Bestimmung in Bronze 128; in Magnesiumlegierungen 286; Einfluß auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Eisen, Aluminium und Chrom neben Nickel 382; Abtrennung von Kobalt-57 aus bestrahltem Nickel 223; Bestimmung der Platinmetalle 438
Nickel-65, Darstellung 306
Nickel(II), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Nickelchlorid, Abtrennung 130
Nickellegierungen, Bestimmung von Zirkonium 223
Nicotiflorin, Fluorescenzreaktion 198
Nicotin, toxikologische Bestimmung 160
Nicotinamid, Abtrennung 76
Nicotinsäureamid, Abtrennung 76
Nicotyrin, Bestimmung 80
Nicozin, Bestimmung 80
Niob, Bestimmung neben Thorium 316; Abtrennung von Palladium 62; Bestimmung in bestrahltem Plutonium 463
Niob-95, Abtrennung von Spaltprodukten 372
Niob(V), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Nioboxychlorid, Bestimmung von Thorium 316
Niobpentachlorid, Bestimmung von Thorium 316
Nithiazide, Bestimmung in Futtermitteln 149
o-Nitranilin, Tüpfelreaktion 211
p-Nitranilin, diazotiertes p-Nitranilin als Reagens auf Ammoniumsalze von aliphatischen Säuren 209
Nitrat, Bestimmung mit Phenolsulfonsäure 373; Bestimmung in Nitritproben 230; in biologischem Material 234; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Stickstoffbestimmung in organischen Stoffen 64; auf die Wolframbestimmung 185
Nitrit, Nachweis 53; Einfluß auf die Wolframbestimmung 185; Bestimmung von Nitrat 230
Nitroarylhydrazine, Bestimmung 213
Nitrobenzol, Bestimmung in der Luft 454; Nachweis von Stickstoff 68
o-Nitrobenzolarsonsäure, Bestimmung 213
Nitrobenzolazochromotropsäure, Indicator bei der Thoriumbestimmung 178
Nitrobenzolderivate, Tüpfelreaktion 211
Nitrocyclohexan, Bestimmung in Abwässern von Caprolactambetrieben 391
Nitroglycerin, Bestimmung 445
Nitrophenole, Tüpfelreaktion 211
o-Nitrophenolsulfonsäure, Tüpfelreaktion 211
p-Nitrophenylarsonsäure, Tüpfelreaktion 211
4-Nitrophenylazosalicylsäure, polarographisches Verhalten 452
p-Nitrophenylhydrazin, Tüpfelreaktion 211
p-Nitro-o-toluidin, Tüpfelreaktion 211
Nitrotoluole, Nachweis in Explosivstoffen 154
Nitroverbindungen, Verhalten gegenüber Ascorbinsäure 204
meta-Noradrenalin, Bestimmung 240
Normetanephrin, Bestimmung im Harn 156
Nornicotin, Bestimmung 80
Nortangeretin, Fluorescenzreaktion 198
Novalgin, Bestimmung 215
Nuclear Science Series (National Academy of Sciences) 284 [L]
Nucleotide, Anfärbung 236
Nuklide, qualitative und quantitative Analyse von Radionukliden 49

Oberflächenaktive Stoffe, Systematic Analysis of Surface-Active Agents (Rosen-Goldsmith) 454 [L]
Octahydro-1,3,5,7-tetranitro-5-tetrazin, Bestimmung von Tris-(2-chloräthyl)-phosphat 153
Öl, Nachweis und Bestimmung von Trikresylphosphat 150
Oestradiol, Farbreaktion 359
Oestradioldipropionat, Farbreaktion 359
Oestradiolmonobenzoat, Farbreaktion 359
Oestron, Bestimmung 296
Oil Red XO, Nachweis 79
Olefine, Bestimmung 141; Abtrennung 288
Orangeextrakte, Nachweis von Thioharnstoff 396
Organische Säuren, papierchromatographische Bestimmung 208; hochfrequenztitrimetrische Bestimmung 299; Nachweis in Vanille-Extrakten 75
Organische Verbindungen, wasserfreies Aluminiumchlorid in organischen Lösungsmitteln als Reagens auf organische Verbindungen 356; Nachweis 204; Vorgänge bei der Oxydation im Verbrennungsrohr bei der Elementaranalyse 63; Titration in nichtwäßrigem Medium 439; Bestimmung pola-

rographisch nicht reduzierbarer organischer Verbindungen durch Oscillopolarographie 296; kombinierte Analyse mit Gaschromatograph und Massenspektrometer 12; Bestimmung von Feuchtigkeit 320; von C und H 63; von C, H und N 64; von Stickstoff 66, 67; von Stickstoff nach Shelberg u. Schöniger und Dumas 67; des Gesamtstickstoffs in nitrathaltigen organischen Stoffen 64; Nachweis von Stickstoff und Schwefel 67; Kolbenverbrennung zur Bestimmung von Phosphor 68; Bestimmung von Phosphor 320; von Spuren Arsen 69; von Chlor nach der Sauerstoffkolbenmethode 69
Organozinnverbindungen, Nachweis und Bestimmung 438
Orientin, Fluorescenzreaktion 199
Osmium, Abtrennung von Ni, Cu, Bi und Sn 438
Osmiumtetroxid, Nachweis 353
1,3,4-Oxadiazole, Bestimmung 453
Oxalat, Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 185;
Oxalsäure, Bestimmung 299
Oxin, Zersetzung des Tetraphenyloborates 216; zur Bestimmung von Thorium 51
Oxydierbare Substanzen, Bestimmung 133

Paeonosid, Fluorescenzreaktion 198
Palladium, Nachweis 135; Bestimmung 301; spektralphotometrische Bestimmung mit 1-p-Chlorphenyl-3-(4-methyl-2-thiazolyl)thioharnstoff 62; gewichtsanalytische Bestimmung 60; Titration 134; Abtrennung von Niob oder Zirkonium durch Extraktion 62; von Ni, Cu, Bi und Sn 438; Bestimmung und Abtrennung von Ni, Zn und Cu 384; Einfluß auf den Silbernachweis 126
Palladiumpyridindichromat, zur Bestimmung von Palladium 61
Palladiumsulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Palmitoylchlorid, Bestimmung des Säurechloridgehaltes 272
PAN, zur Bestimmung von Indium 319
Pantothensäure, Bestimmung 77
Papaverin, Bestimmung 296
Papierelektrophorese, Apparatur zum Arbeiten bei hohen Spannungen 136
Paraffine, Abtrennung 288
Paraldehyd, toxikologischer Nachweis 160
Parathion, toxikologische Bestimmung 160
Patuletin, Fluorescenzreaktion 198
Penicillium pusillum, Bestimmung der Carboxymethylcellulase-Aktivität 157
Pentaerythrit-tetranitrat, Bestimmung von Tris-(2-chloräthyl)-phosphat 153
Pentane, Analyse 16
Pentene, Analyse 16
Pentosen, Farbreaktionen 448; Bestimmung in Hydrolysaten 447
Pentymal, toxikologische Bestimmung 160
Peptide, Anfärbung 236
Perchlorat, Bestimmung von Fluorid neben Perchlorat 132
Permanganat, Nachweis 353
Peroxide, polarographische Analyse organischer Peroxide 442
Peroxodisulfat, Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Peroxydasen, Bestimmung auf Pherogrammstreifen 158
Peroxyester, Bestimmung 442
Peroxysäuren, Bestimmung 442
Pestalotiopsis westerdijkii, Bestimmung der Carboxymethylcellulase-Aktivität 157
Pflanzen, Bestimmung von Amyloid 140
Pflanzenmaterial, Bestimmung von Kalium 47; von Wolfram 235; von Ascorbin- und Dehydroascorbinsäure 78; von Triphenylzinnacetat 439
pH-Wert, Gerät zur Konstanthaltung 303; Bestimmung im Blut 232
Phenanthren, Bestimmung 289
1,10-Phenanthrolinlösung, bei der Oxydation von Kobalt(II) mit Eisen(III)-chlorid 60
Phenanthrolin-Rhodanid-Komplex von Indium, zur Abtrennung von Indium 52
Phenitrazol, Reagens auf Phenole, Arylamine und Aldehyde 212
Phenol, Bestimmung in Mischungen 211
Phenole, Identifizierung 449; Bestimmung 212
Phenolgruppen, Nachweis in Steroiden 399
Phenolische Hydroxylgruppen, Trennung von Carbonsäuren mit phenolischen Hydroxylgruppen 452
Phenolsulfonphthalein, Bestimmung in Plasmaproben von Rindern 240
Phenolsulfonsäure, zur Bestimmung von Nitraten 373

Phenothiazinverbindungen, Urinfarbtest zum Nachweis 156
Phenyläthylbarbitursäure, Bestimmung 80
Phenylalanin, Bestimmung 5
Phenylbenzoyldiazomethan, zur Bestimmung von Phenolen, Aminen und Aminoalkoholen 449
Phenylbutazon, Bestimmung 215
o-Phenylendiamin, zur Bestimmung von Selen 435; von Platin 62
p-Phenylendiamin, voltammetrische Bestimmung 297
Phenylessigsäure, Trennung 452
Phenylferrocenylcarbinol, voltammetrische Bestimmung 297
Phenylfluoron, zur Bestimmung von Antimon neben Germanium 53
Phenylhydrazinchlorhydrat, Bestimmung von Stickstoff 67
3-Phenyl-5-nitrosamino-1,2,4-thiodiazol, Reagens auf Phenole, Arylamine und Aldehyde 212
Phenylquecksilberacetat, Bestimmung 443
Phenylquecksilberchlorid, Untersuchung an der Quecksilbermikroelektrode 27
Phenylstearinsäure, sulfonierte Phenylstearinsäure zur Unterdrückung polarographischer Maxima 296
Phenylthioharnstoff, Bestimmung 195
Phenylzinnverbindungen, Bestimmung 438
Pherogrammstreifen, zur Bestimmung von Peroxydasen 158
Phloroglucin, Indicator bei der Chlorionenbestimmung 380
Phloxin, Nachweis 79
Phosgen, Bestimmung in Chloroform 443
Phosphat, Tüpfelnachweis von Spuren auf imprägniertem Papier 54; Bestimmung als formelreines Mangan(II)-ammoniumphosphat 412; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 186; Bestimmung von Hypophosphit und Phosphit neben Phosphat 373
Phosphit, Bestimmung neben Phosphat 373
Phosphor, Mikrobestimmung durch Kolbenverbrennung nach SCHÖNIGER 68; Bestimmung in explosiven Präparaten 153; in organischen Substanzen 320; in Erdölprodukten 395
Phosphorsäureester, Nachweis einbasischer Phosphorsäureester 205
o-Phthalsäure, fluorimetrische Bestimmung 214
Phthalsäureisomere, Bestimmung von Terephthalsäure 452
Piaselenol, Reduktion von Selen zu Piaselenol bei der Selenbestimmung 435
Picolinisomere, Bestimmung 296
α-Picolinsäure, Stabilitätskonstante des Eisen(II)-komplexes 437
Pikrinsäure, zur Naphthalinbestimmung in Stadtgas 455; Tüpfelreaktion 211
Piperazin, Bestimmung 216
Piperidin, Bestimmung in Mischungen 440
Plasma, Bestimmung von Phenolsulfonphthalein 240
Plasmaamylase, Bestimmung 159
Platin, Nachweis 135; Bestimmung mit o-Phenylendiamin 62; Abtrennung von Ni, Cu, Bi und Sn 438
Platinmetalle, Bestimmung neben Ni, Cu, Bi und Sn 438
Platinsulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Plumbationen, Verhalten in alkalischer Lösung 53
Plutonium, Analyse auf verschiedene Stoffe 220; Bestimmung neben Spaltprodukten 365; von Spaltprodukten in bestrahltem Plutonium 463
Plutoniumsalzlösungen, Bestimmung freier Säure 229
Plutonium-Uranlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 462
Polarograph, Verbesserung 295
Polarographie, Verwendung von Daueranalysatoren mit einer Kohlenstoffanode als Meßelektrode 295; Eignung von sulfonierter Phenylstearinsäure zur Unterdrückung der Maxima 296; Bestimmung polarographisch nicht reduzierbarer organischer Verbindungen durch oscillographische Polarographie 296
Polonium, Adsorption an Cellulose und Glas 435
Polyäthylenglykol, Analyse 35, 36; der Glyceride und Ester 145
Polyäthylenglykol-stearat, Ausführbarkeit pharmazeutischer Analysen in Gegenwart von Polyäthylenglykolstearat 80
Polyaromaten, Abtrennung 288
Polyglykole, Analyse 35

Polynitroverbindungen, Bestimmung und Nachweis von aromatischen Polynitroverbindungen 450
Polypropylenglykole, Analyse 30, 35, 36
Polystyrol, tubidimetrische Fällungstitration 146
Polythionate, radiochemische Bestimmung 57
Polyvinylalkohol, Bestimmung von Acetyl- und Sulfogruppen 144
Ponceau-Farbstoffe, Nachweis 79
Populnin, Fluorescenzreaktion 198
Potential, konstantes Potential bei Elektrolysen 293
Potential-Zeitkurven, Interpretation bei chronopotentiometrischen Untersuchungen 293
Potentiograph 294
Potentiometrische Titrationen 275; an der rotierenden Aluminiumdrahtelektrode 132; Anwendung der differentiellen elektrolytischen Potentiometrie 131; automatisches, schreibendes Titriergerät 131
Praseodym, Bestimmung in bestrahltem Plutonium 463
Prednisolon, Farbreaktion 359
Procain, Farbreaktion 204
Propionaldehyd, Bestimmung in Vinylacetat 442
Propoxygruppen, Reaktionen 204
Propylamine, Bestimmung 206
Propylenglykolverbindungen, Reaktionen 204
Propylenoxidpolymerisate, Analyse 30
Propylenthioharnstoff, Bestimmung 195
Protactinium, Radiochemie 284 [L]
Proteine, Anfärbung mit Bromphenolblau 236; Chromatographie an Cellulosederivaten 397; papierelektrophoretische Trennung 397; Elektrophorese von Serumproteinen an Celluloseacetatmembranen 290; Trennung im Serum durch Dichte-Gradient-Elektrophorese 236
Protocatechualdehyd, R_f-Wert 433
Puffer, Verwendung von Tartrat- und Citratpuffern 420
Pulpe, Bestimmung von Mangan 143
Pulverförmige Proben, spektralanalytische Bestimmung von Selen 378
Purine, Anfärbung 236
Pyramidon, zum Nachweis von Nitrit 53; Farbreaktion 204; Bestimmung 215; cerimetrische Bestimmung 80
Pyrazolon, zur Bestimmung von Ammoniak in Wasser 457
Pyrazolonderivate, Bestimmung 215
Pyridin, zur Bestimmung von Ammoniak in Wasser 457; zur Bestimmung von Citronensäure 210; Bestimmung 296; in Mischungen 212; Bestimmung von Halogeno- und Cyanopyridinen 216
Pyridincarbonsäuren, Stabilitätskonstanten der Eisen(II)-chelate 437
Pyridinderivate, Abtrennung 288
Pyridindichromatkomplex, zur Bestimmung von Palladium 61
Pyridoxal, Bestimmung 214
Pyridoxal-5-phosphat, Bestimmung 214
Pyridoxin, Bestimmung 77; in Mehl und Brot 387
1-(2-Pyridylazo)-2-naphthol, Extrahierbarkeit von Metallchelaten mit PAN 136; zur Bestimmung von Indium 319
Pyridyl-(2-azo-4)-resorcin, Indicator bei der Bestimmung von Erbium 315
Pyrimidinbasen, Anfärbung 236
Pyroglutaminsäure, Bestimmung im Kleehonig 385
Pyrosulfat, Nachweis 377

Quecksilber, zur Herstellung eines galvanischen Elementes mit Zink zur Bestimmung der Konzentration von Metallionen 298; Bestimmung geringer Mengen 255; Bestimmung neben Barium 311; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Wolframbestimmung 184; Radiochemie 284 [L]
Quecksilber(I), Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 312; Abtrennung 249
Quecksilber(II), Extrahierbarkeit eines Chelates 136; Bestimmung mit Thiofluoresceinlösung 307; maßanalytische Bestimmung 312; Abtrennung 250, 307
Quecksilberhalogenide, Extraktion mit Tributylphosphat 81
Quecksilber(II)-jodid, zur Extraktion von Chlorid, Bromid und Jodid 83
Quecksilbermikroelektrode, Untersuchung 24
Quecksilber(II)-salze, Bestimmung von Cyanid 367
Quecksilbertropfelektrode, für Messungen in stationären Medien 296
Quercetagetin, Fluorescenzreaktion 198
Quercetin, Fluorescenzreaktion 197; Farbreaktion 359
Quercetin-3-galaktosid, Fluorescenzreaktion 198
Quercetinglucoside, Fluorescenzreaktionen 198
Quercetin-3-rhamnoglucosid, Fluorescenzreaktion 198

Quercetin-3-rhamnosid, Fluorescenzreaktion 198
Quercimeritrin, Fluorescenzreaktion 198
Quercitrin, Fluorescenzreaktion 198

Radikale, quantitative polarographische Bestimmung 452
Radioaktive Isotope, zur Wasseruntersuchung 217
Radioaktive Kationen, bei der Bestimmung von Carboxylgruppen in oxydierter Cellulose 448
Radiofrequenzmethoden, in der analytischen Chemie 133
Radiometrische Titrationen, Prinzipien der extraktiven radiometrischen Titration 134
Radionuklide, qualitative und quantitative Analyse 49
Raygrasmosaik-Virus, Identifizierung 137
Reaktoren, Bestimmung von Verunreinigungen im Kühlwasser 391
Reaktorgraphite, Bestimmung von Bor 221
Reduzierbare Substanzen, Bestimmung 133
Reserpin, Bestimmung in Geflügelfutter 148
Rhamnetin, Fluorescenzreaktion 197
Rhamnocitrin, Fluorescenzreaktion 197
Rhenium, Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 94; colorimetrische Spurenbestimmung 91; Radiochemie 284 [L]
Rheniumchlorkomplex, zur Bestimmung von Rhenium 97
Rheniumtetroxid, zur Bestimmung von Rhenium 97
Rhodamin B, zur Bestimmung von Rhenium 102; Nachweis 79
Rhodanid, Bestimmung von Spuren auf Grund der Induktion der Jod-Azidreaktion 368; Bestimmung neben Sulfid bzw. Thiosulfat 368; Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Rhodanid-Phenanthrolin-Indium-Komplex, zur Abtrennung von Indium 52.
Rhodanidverbindungen, zur Bestimmung von Palladium 61
Rhodanid-Zinnchlorid, zur Bestimmung von Rhenium 97
Rhodium, Bestimmung mit Thioharnstoff 384; mit sym.-Diphenylcarbazon 62; Abtrennung von Ni, Cu, Bi und Sn 438; Bestimmung in bestrahltem Plutonium 463
Riboflavin, Bestimmung 77; in tierischem Gewebe 159
Ribonucleinsäure, Anfärbung 236
Rinder, Bestimmung von Phenolsulfonphthalein in Plasmaproben von Rindern 240
Ringofen, Fortschritte der Technik 300
Ringofenmethode von Weisz, Anwendung bei der Trennung von Ionen auf Filtrierpapierstreifen 130; zur Trennung und Bestimmung von Metallionen 248
Ringofentüpfelcolorimetrie, für halbquantitative papierchromatographische Bestimmungen 130
Ringperoxide, Bestimmung 442
Robinin, Fluorescenzreaktion 198
Rohkupfer, Bestimmung von Tellur 459
Rohrzuckermelasse, Bestimmung verschiedener Metallionen 148
Rose Bengal, Nachweis 79
Rubidium, elektrochromatographische Abtrennung 47
Rubidiummethylat, zur Titration von Dichloressigsäure, β-Naphthylaminhydrochlorid und Ammoniumjodid 445
Rübenzuckermelasse, Bestimmung verschiedener Metallionen 148
Rückstände, Bestimmung von Silber und Gold in Rückständen 218
Ruthenium, Nachweis 353; Abtrennung von Ni, Cu, Bi und Sn 438; Bestimmung in bestrahltem Plutonium 463
Rutheniumsulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Rutin, Fluorescenzreaktion 198

Saccharose, Bestimmung 210
Säulen, Beziehungen zwischen Wirkungsgrad, Durchmesser und Länge der Trennsäulen in der Gaschromatographie 288
Säurechlorid, Bestimmung in Benzoylchlorid und Palmitoylchlorid 272
Säuren, Bestimmung in Plutoniumsalzlösungen 229; Sprühreagens auf die Ammoniumsalze aliphatischer Säuren 209; Bestimmung in Honig 71; Identifizierung der organischen Säuren des Kleehonigs 385; Trennung der Säuren des Tricarbonsäurecyclus an Celitesäulen 232
Säurerot, Nachweis 79
Säureüberschuß, Bestimmung im menschlichen Körper 232
Salicylaldehyd, R_f-Wert 433
Salicylamidoxim, zur Bestimmung von Kupfer 48
Salicylat, schnelle Bestimmung in Blut 398

Salicylsäure, alkalimetrische Bestimmung 80; Abtrennung 452
Salzmischungen, Schmelzen von Salzmischungen als flüssige Phasen in der Gaschromatographie 288
Sand, Schnellanalyse 224
Sandell-Kolthoff-Reaktion, Störung des Jodeinflusses durch verschiedene Ionen 262
Sauerstoff, Analyse 21; Bestimmung in Kesselspeisewasser 217
Sauerstoffkolbenmethode, zur Bestimmung von Chlor 69
Scandium, gleichzeitige Bestimmung mit Dysprosium 49; Bestimmung in Granit 225; Radiochemie 284 [L]
Schlacken, Schnellanalyse 224
Schlagsahne, Nachweis von Distickstoffoxid 73
Schwefel, Bestimmung von anorganischem Schwefel neben CS_2 und Cystin 369; in Gegenwart von Mercaptobenzthiazol 377; Bestimmung in Schwefelvorkommen, Konzentraten und Flotationsabfällen 227; in Antimon(III)-sulfid 229; Nachweis in organischen Verbindungen 67
Schwefeldioxid, Bestimmung 217; neben Schwefeltrioxid in Abgasen 455
Schwefelkohlenstoff, Bestimmung 369
Schwefelsäure-Aerosole, Bestimmung der Größenverteilung und Zusammensetzung der Teilchen 456
Schwefeltrioxid, Bestimmung neben Schwefeldioxid in Abgasen 455
Schwefelverbindungen, mercurimetrische Bestimmung in Viscose 361
Schwefelvorkommen, Bestimmung des freien Schwefels in natürlichen Schwefelvorkommen 227
Schwefelwasserstoff-Acetonlösung, als Fällungsreagens in der qualitativen Analyse 135
Schwelwasser, Analyse des Schwelwassers der Hochtemperaturverkokung von Braunkohle 140
Scopoletin, Fluorescenzreaktion 197
Scopoletin-7-glucosid, Fluorescenzreaktion 197
Scopolin, Fluorescenzreaktion 197
Sediment-Analyse, durch Lumineszenzspektroskopie 140
Sedimente, Bestimmung von Beryllium 226
Selen, spektralanalytische Bestimmung in pulverförmigen Proben 378; photometrische Bestimmung von Spuren 435; Bestimmung von Tellur 459
Selen(IV), Bestimmung mit 1,1′-Dianthrimid 435
Selen(IV + VI), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Selenit, Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Selensulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Seltene Erden, Bestimmung 315; Spurenanalyse 314; qualitative und quantitative Analyse radioaktiver Seltener Erden 49; Abtrennung von Thorium 51; von Uran 365; Bestimmung und Abtrennung in Eisen und Stahl 392; Bestimmung von Titan und Uran neben Seltenen Erden 44, 45; Radiochemie 284 [L]
Serin, Bestimmung 239
Serpasil, Bestimmung in Geflügelfutter 148
Serum, Trennung der Proteine durch Dichte-Gradient-Elektrophorese 236; Bestimmung von Vitamin A-Alkohol neben Vitamin A-Ester 76
Serumproteine, Anwendung von Celluloseacetatmembranen zur Elektrophorese 290
Siebelektrode, für die Spektralanalyse 128
Silber, katalytische Methode zum Nachweis 123; Bestimmung mit Thiofluoresceinlösung 307; mit Zink-65 als Indicator 134; Abtrennung 307; Bestimmung in Legierungen 218; in Gold 460; in Erzen mit geringem Kupfergehalt 224; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Kupfer 306; von Spuren Kupfer in metallischem Silber 459; von Barium neben Silber 311; von Tellur 459
Silber(I), Abtrennung 249
Silberlegierungen, Bestimmung von Silber und Gold 218
Silbernitrat, Bestimmung von Kupferspuren 459
Silberoxid, zur Bestimmung von Aldehyden 206
Silbersulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Silberthiocyanat, zur Bestimmung von Polythionaten 57
Silbervanadate, Bestimmung von Vanadium als Silbermeta- und -orthovanadat 55
Silicagel, Ionenaustauscheigenschaften 302
Silicate, Schnellanalyse 224

Silicium, Bestimmung in Magnesiumlegierungen 286; in Stahl und Gußeisen 222; in Ton 128
Sinapinsäure, Fluorescenzreaktion 197
Sirup, Bestimmung von Hexacyanoferrat(II) bei der Untersuchung von Sirup 71
Solochromate Fast Red 3 G, zur Bestimmung von Uran(VI) 86
Solochromschwarz P.V., als Reagens in der Chelatometrie 108, 241
Sorbose, Farbreaktionen 448
Spaltprodukte, Bestimmung langlebiger Spaltprodukte in „fallout"-Proben 218; in bestrahltem Plutonium 463; Abtrennung von Zirkonium-95 und Niob-95 372; von Cer und Seltenen Erden 315; Bestimmung von Plutonium neben Spaltprodukten 365
Spektralanalyse, Erleichterung der Linienidentifizierung bei qualitativen und quantitativen spektroskopischen Untersuchungen 284; Rolle der Gegenelektrode bei gleichgerichteten Funkenentladungen 285; Lösungsspektralanalyse mittels rotierender Graphitscheibe 285; Anwendung des „Tesla"-Funkens als spektroskopische Lichtquelle 285; Anwendung der Filterpapierscheiben-Methode 286; des Zerstäubungsverfahrens mit durchbohrten Elektroden 286; des Einschüttlungsverfahrens 128; durch Einsprühen von Lösungen mit Hilfe von Gas 128; Bestimmung verschiedener Elemente 286
Spektralphotometrie, Aufstellung von Eichkurven unter Berücksichtigung des Streulichtfehlers im UV 130
Spektroskopische Lichtquelle, Verwendung des „Tesla"-Funkens 285
Spiraeosid, Fluorescenzreaktion 198
Spuren, Bestimmung in Barium- und Strontiummetall 219
Stadtgas, Bestimmung von Naphthalin 455
Stärke, Bestimmung der Methylglykoside 446; Bestimmung in Fleischerzeugnissen 74
Stärkesirup, Bestimmung im Honig 71
Stahl, Bestimmung von Calcium 391; von Zink 221; von Bor 391; Abtrennung und Bestimmung der Seltenen Erden 392; Bestimmung von Silicium 222; von Zinn 394; von Bleispuren 394; von Vanadium in Vanadiumstählen 434; von Kobalt 222
Stannit, Nachweis 353
Stationäre Medien, Messungen mit der Quecksilbertropfelektrode 296
Steroidmolekül, Nachweis von funktionellen Gruppe 399
Stickoxide, Absorption durch Mangandioxid bei der C-H-Bestimmung 64
Stickstoff, Bestimmung nach Kjeldahl 303; nach Shelberg u. Schöniger und Dumas 67; Bestimmung in metallischem Calcium 460; in Plutonium 220; in Ammoniumnitratdünger und Ammoniumnitrat-Kalkdünger 227; in organischen Substanzen 64, 66, 67; in nitrathaltigen organischen Stoffen 64
Stickstoffdünger, Bestimmung von Stickstoff 65
Stickstoffverluste, Einfluß auf die Nitratbestimmung mit Phenolsulfonsäure 373
Stickstoffwasserstoffsäure, polarographische Bestimmung 373
Stofftrennung, durch Ionenwanderung und Elektrophorese 131
Streulichtfehler im UV, Einfluß auf die Aufstellung von Eichkurven 130
Stromumkehr, Anwendung in der Chronopotentiometrie 294
Strontium, Nachweis 308; komplexometrische Bestimmung 310; selektive Abtrennung von radioaktivem Strontium 310; Bestimmung neben Zink, Blei oder Wismut 301; Einfluß auf die Wolframbestimmung 184
Strontiummetall, Bestimmung spurenweiser Beimengungen 219
Styrol, Bestimmung 145
Styrolmonomere, Bestimmung in Latices 143
Sulfadiazin, Nachweis und Unterscheidung von Sulfapyrazin 251
Sulfanilsäure, Nachweis von Stickstoff und Schwefel 68
Sulfapyrazin, Nachweis und Unterscheidung von Sulfadiazin 251
Sulfat, Nachweis 378; Bestimmung 377; Bestimmung in Wasser 390; im Wasser ohne Entfernung störender Kationen 39; in wäßrigen Bodenauszügen 227; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Wolframbestimmung 185; auf die Fluoridbestimmung mit Fluorescenzindicatoren 436
Sulfhydrylgruppen, Anfärbung von Verbindungen mit Sulfhydrylgruppen 236
Sulfide, thermogravimetrisches Verhalten 135; Nachweis 353; Bestimmung auf Grund der Induktion der Jod-Azidreaktion 56; Bestimmung neben

Rhodanid 368; Bestimmung von Cyanid 367
Sulfit, zur Bestimmung von Rhenium 97; Nachweis 378; direkte Titration mit Natriumchlorit 301
Sulfogruppen, Bestimmung in technischem Polyvinylalkohol 144
Sulfolan, stationäre Phase in der Gaschromatographie 204
Sulfosalicylsäure, zur Eiweißfällung bei der Chloridbestimmung in biologischem Material 236
Syringaaldehyd, R_f-Wert 433
Systematic Analysis of Surface-Active Agents (ROSEN-GOLDSMITH) 454 [L]

Tabak, Bestimmung von Chlorid 155
Tabakalkaloide, Bestimmung durch Gegenstromverteilung 80
Tabakrauch, Bestimmung polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe 155
Tannin, zur Abtrennung von Titan und Uran von anderen Elementen 42
Tartrat, Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 185
Tartratpuffer, Anwendungen 420; p_H-Werte von Tartratpuffern 421
Technetium, Radiochemie 284 [L]
Technetium(VII), Bestimmung mit Thioglykolsäure 437
Tellur, Bestimmung mit Bismuthiol II 378; Bestimmung in Rohkupfer, ungemünztem Silber und reinstem Selen 459; in Erzen 379
Tellur(IV), Bestimmung mit 1,1′-Dianthrimid 58
Tellur(VI), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Tellurit, Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Tellursulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Terbium-160, Abtrennung 50
Terephthalsäure, Bestimmung in Gemischen von Phthalsäureisomeren 452
Terpene, Abtrennung 288
Terpentinöl, toxikologischer Nachweis 160
Terramycin, Nachweis in Milch 73
„Tesla"-Funken, als spektroskopische Lichtquelle 285
Tetraäthylammoniumhydroxid, Bestimmung in Mischungen 439
Tetraalkylzinnverbindungen, Bestimmung 438
Tetrachlorkohlenstoff, Bestimmung in Chloroform 443
Tetramethylenthioharnstoff, Bestimmung 195
Tetra-O-methylhexosen, Bestimmung der Methylglykoside 446
Tetramethylthiocarbamide, Bestimmung 441
Tetramethylthioharnstoff, Bestimmung 195
Tetraphenylarsoniumchlorid, zur Abtrennung von Rhenium 94; zur Bestimmung von Rhenium 97
Tetraphenyloborat, Zersetzung von Hydroxychinolinderivaten 216; zur titrimetrischen Bestimmung von Kalium 47; zur Bestimmung von Kupfer(I) 49
Thallium, Bestimmung an der Quecksilbermikroelektrode 25; Bestimmung neben viel Arsen in Thalliumerzen 225
Thalliumerze, Bestimmung von Thallium neben Arsen 225
Theobromin, Titration in wasserfreier Essigsäure mit Perchlorsäure 444
Thermomikroskopische Methode, zur Analyse von Dreistoffgemischen 300
Thiamin, Bestimmung 77
Thiazolderivate, als analytische Reagentien 135
Thiazole, Abtrennung 288
1-(2-Thiazolylazo)-m-dimethylaminophenol, zur Bestimmung von Uran 51
Thiazolyl-thioharnstoffderivate, als Reagentien 135
Thioäpfelsäure, Bestimmung 212
Thioäthanolamin, Bestimmung und Trennung von seinem Disulfid 441
Thioäther, Abtrennung 288
Thiocol-Gummi, Nachweis von Stickstoff und Schwefel 68
Thiocyanat, Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Thiodan, quantitative Bestimmung 152
Thiofluoresceinlösung, zur Bestimmung von Silber und Quecksilber(II) 307
Thioglykolsäure, zur Bestimmung von Gold(III) 49; von Technetium(VII) 437; Bestimmung 212; Bestimmung von Cyanid 367
Thioharnstoff, zur Bestimmung von Rhenium 97; zur Rhodiumbestimmung 384; Titration in wasserfreier Essigsäure mit Perchlorsäure 444; coulometrische Titration N-substituierter Thioharnstoffe 194; Nachweis in Orangeextrakten 396; Nachweis von Stickstoff und Schwefel 68
Thiomilchsäure, Bestimmung 212

Thionaphthene, Bestimmung in Benzolen und Naphthalinen 141
Thionolin, als analytisches Reagens 351
Thiooxin, zur Bestimmung von Rhenium 97
Thiopenton, Bestimmung der Methylester der Methylbutylidencyanessigsäure und der Methylbutylcyanessigsäure bei der Synthese von Thiopenton 147
Thiophen, Bestimmung in Benzolen und Naphthalinen 141
Thiosulfat, Nachweis 353, 378; Bestimmung auf Grund der Induktion der Jod-Azidreaktion 56; Bestimmung neben Rhodanid 368; Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Thiosulfonate, Analyse 205
Thorium, zur Bestimmung von Fluoriden mit Fluorescenzindicatoren 436; monochromatographische Röntgenstrahlenabsorption 316; Bestimmung 376; mit Oxin 51; mit 8-Hydroxychinaldin 50; mit o-Kresotinsäure oder 4-Aminosalicylsäure 316; mit Nitrobenzolazochromotropsäure 178; Bestimmung neben Barium 311; Trennung von Cer und den Seltenen Erden 51; photometrische Bestimmung neben Niob 316; Bestimmung in Gemischen von Niobpentachlorid und Nioboxychlorid 316; Einfluß auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Aluminium und Chrom 460; von Titan und Uran neben Thorium 44, 45
Thoriumfluorid, Bestimmung von Fluor 229
Thoron, Bestimmung 213
Threonin, Bestimmung 5, 239
Thrombin, Bestimmung 158
Tiergewebe, Bestimmung von Riboflavin 159
Titan, Nachweis 353; Bestimmung mit Wasserstoffperoxid 302; potentiometrische Bestimmung von zwei- und dreiwertigem Titan 371; Abtrennung und Bestimmung 383; Trennung von anderen Elementen mit Hilfe von Tannin 42; Bestimmung in Ton 128; im Glas 228; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; Bestimmung von Calcium und Magnesium neben Titan 310
Titan (III), Oxydation mit Bleitetraacetat 132
Titan(IV), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Titandioxid, Bestimmung in Silicaten und Eisenerzen 224
Titrationen, Vergrößerungsverfahren bei photometrischen Ultramikrotitrationen 302
Tofranil, toxikologische Bestimmung 160
Tolbutamid, Bestimmung von Stoffwechselprodukten im Urin 396
o-Tolidin, Farbreaktion 192
o-Toluidin, voltammetrische Bestimmung 297
p-Toluidin, Farbreaktion 191
Toluidine, Bestimmung der Isomeren in Gemischen 267
Toluol, Bestimmung 296
α-p-Toluolsulfonyl-L-arginin-methylester-hydrochlorid, zur Bestimmung von Trypsin und Thrombin 158
m-Toluylendiamin, Bestimmung in Mischungen 440
Ton, spektralanalytische Untersuchung 128
Torulopsis utilis, Bestimmung von Vitaminen der B-Gruppe 77
Toxikologie, Anwendung der Gaschromatographie 160
Traubenmost, Nachweis von zugesetztem Invertzucker 70
Treibgas, Bestimmung in Aerosoldosen 457
Triäthylamin, Bestimmung in Mischungen 440
Trialkylzinnverbindungen, Bestimmung 438
Tri-n-butylamin, zur Bestimmung von 12-Wolframphosphorsäure 436
Tributylphosphat, zur Extraktion von Quecksilberhalogeniden 81; von Jodid, Bromid und Chlorid 83; flammenphotometrische Bestimmung 140
Tricalciumphosphat, Bestimmung von Calcium 228
Tricarbonsäurecyclus, Trennung der Säuren 232
Trichloräthylen, Bestimmung in Chloroform 443
2,3,6-Trichlorbenzoesäure, Bestimmung in herbiciden Mischpräparaten 152
2,4,6-Trichlorphenol, Bestimmung in Futtermitteln 150
Trichoderma viride, Bestimmung der Carboxymethylcellulase-Aktivität 157
N-Trifluoracetylmethylester, zur gaschromatographischen Bestimmung von Aminosäuren 1
Triglyceride von Äthylen- und Polyäthylenglykol, Analyse 145

Trikresylphosphat, Nachweis und Bestimmung im Öl 150
Trimethylamin, Bestimmung in Mischungen 212
Trimethylenthioharnstoff, Bestimmung 195
Tri-O-methylpentosen, Bestimmung der Methylglykoside 446
Trimethylthiocarbamide, Bestimmung 441
Trimethylthioharnstoff, Bestimmung 195
Trinatriumpentacyanoamminoferrat, zum Nachweis von Mononitrotoluolen in Explosivstoffen 154
2,4,6-Trinitrotoluol, Bestimmung von Tris-(2-chloräthyl)-phosphat 153
Triphenylzinnacetat, Bestimmung in Kunststoffen, pflanzlichem Material und Milch 439
Tripropylenglykol, Analyse 35
Tris-(2-chloräthyl)-phosphat, Bestimmung in explosiven Präparaten 153
Trithiadol, Bestimmung in Futtermitteln 149
Trithionat, Bestimmung 57
Tritium, Gaszählrohr zur Messung der Aktivität 299
Trypsin, Bestimmung 158
Tryptophan, Bestimmung 296
Tüpfelanalyse (Feigl) 283 [L]
Tulium-170, Abtrennung 50
Turanose, Farbreaktionen 448

Übergangselemente, flammenphotometrische Eigenschaften 287
Ultramikrotitrationen, Vergrößerungsverfahren bei photometrischen Ultramikrotitrationen 302
Umbelliferon, Fluorescenzreaktion 197
Umschlagspotential, Bestimmung bei potentiometrischen Titrationen 275
Unithiol, zur Maskierung von Kationen 301; zur Maskierung von Zink, Cadmium, Quecksilber, Blei und Zinn bei der Bestimmung von Sr und Ba 310
Untersuchung, Beurteilung, Aufbereitung von Wasser (Höll) 454 [L]
Uran, fluorimetrische Bestimmung 51; spektralphotometrische Bestimmung mit 1-(2-Thiazolyl-azo)-m-dimethylaminophenol 51; Bestimmung mit Natriumvanadat 317; mit Arsenazo 317; Trennung von anderen Elementen mit Hilfe von Tannin 42; Bestimmung neben Barium 311; Abtrennung von den Seltenen Erden 365; von Cer und Seltenen Erden 315; Bestimmung in Plutonium 220; in Erzen und Auslaugungsrückständen 129; in Gesteinsproben, Kohlenaschen und wäßrigen Kohlenascheextrakten 51; Bestimmung von Manganspuren in metallischem Uran 220; von Eisen in metallischem Uran 220
Uran(IV), Bestimmung durch Titration mit Eisen(III)-salzlösung 51
Uran(VI), Extraktion mit Tetra-phenylarsoniumchlorid 96; spektrophotometrische Bestimmung von Mikrogrammengen 85
Uranfluorid, Bestimmung von Fluor 229
Uranisotope, registrierende Emissionsspektralanalyse 318
Uran-Plutoniumlegierungen, Bestimmung von Zirkonium 462
Uranyl, Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 185
Urin, Bestimmung von Aminosäuren 238; von Carboxytolbutamid 396; siehe auch Harn
Urinfarbtest, zum Nachweis von Phenothiazinverbindungen 156
Uronsäuren, Farbreaktionen 448
Urotropin, Bestimmung von Formaldehyd in technischem Urotropin 206

Valin, Bestimmung 5
Vanadat, Einfluß auf die Wolframbestimmung 185
Vanadium, Nachweis 353; Bestimmung als Silberortho- oder -metavanadat 55; spektralphotometrische Bestimmung als Molybdovanadiumsäure 434; Bestimmung neben Eisen mit Benzhydroxamsäure 56; Bestimmung in biologischem Material 235; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180
Vanadium(V), Farbreaktion und photometrische Bestimmung 55; Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Vanadium(II)-sulfat, zur Bestimmung von Azofarbstoffen 451
Vanadyl, Bestimmung von Titan und Uran neben Vanadyl 44, 45
Vanille-Extrakte, Nachweis von organischen Säuren 75
Vanilleharz, Nachweis 74
Vanillin, R_f-Wert 433
Variationen, kritische Untersuchung über die Grenzen der Anwendbarkeit der Methode der kontinuierlichen Variationen nach Job 321, 401
Veratrumaldehyd, R_f-Wert 433

Verbrennungsrohr, Oxydation organischer Verbindungen im Verbrennungsrohr 63
Verchromungsbäder, Bestimmung von Zink 228
Vergiftungsfälle, Infrarotspektroskopie bei der Untersuchung 160
Verunreinigungen, Bestimmung im Kühlwasser von Reaktoren 391
Vinylacetat, Bestimmung von Verunreinigungen 442
Vinyläther, Bestimmung 206
Viscose, mercurimetrische Bestimmung von Schwefelverbindungen 361
Vitamin A, Bestimmung des Alkohols neben dem Ester 76
Vitamin B_2 und B_6, Anfärbung 236
Vitamin B_6, Bestimmung in Mehl und Brot 387
Vitamin C, Bestimmung 77
Vitamine, Problematik der Bestimmungsmethoden 387; papierchromatographische Trennung 76
Vitamine der B-Gruppe, mikrobiologischer Nachweis 387; Bestimmung in Hefe der Gattung Torulopsis utilis 77; Trennung 76
Vitamin-K-Homologe, Identifizierung 78
Vitexin, Fluorescenzreaktion 199
Voltammetrie, dreidimensionale Darstellung voltammetrischer Prozesse 298; mit Wechselstrom an festen Elektroden 297; an der rotierenden Aluminiumdrahtelektrode 132
Vulkanisationsbeschleuniger, Bestimmung von Schwefel neben Mercaptobenzthiazol 377
Vulkazite, Nachweis 146

Wachskompositionen, Bestimmung von Bienenwachs 142
Wasser, Bestimmung des Kristallwassers in Magnesiumperchlorattrokkenmitteln 136; Bestimmung in Aceton 137; Untersuchung mit Hilfe radioaktiver Isotope 217; Bestimmung von Verunreinigungen im Kühlwasser von Reaktoren 391; Analyse von Schwelwasser 140; Bestimmung von Gold, Wismut, Zink und Cadmium in Meerwasser 458; von Beryllium 226; von Calcium in Kesselspeisewasser 390; von Ammoniak 457; von Sauerstoff in Kesselspeisewasser 217; von Sulfid- oder Thiosulfatspuren 56; von Sulfat 390; von Sulfat ohne Entfernung störender Kationen 39; von Chlor 291; Untersuchung, Beurteilung und Aufbereitung (Höll) 454 [L]; siehe auch Abwasser
Wasserdampfflüchtige Stoffe, Apparat zur quantitativen Destillation 303
Wasserstoff, Absorption von Stickoxiden durch Mangandioxid bei der Wasserstoffbestimmung in organischen Verbindungen 64; Analyse 21; Bestimmung in organischen Verbindungen 63, 64
Wasserstoff-3, Gaszählrohr zur Messung der Aktivität 299
Wasserstoffperoxid, zur Bestimmung von Titan 302; Farbreaktion 193; coulometrische permanganometrische Mikrobestimmung 47
Wechselstrommethoden, in der Chemie 133
Weichmacher, Identifizierung durch Dünnschichtchromatographie 147
Wein, gaschromatographische Analyse 70; Nachweis von zugesetztem Invertzucker 70; Bestimmung von Zucker 447
Weinsäure, Bestimmung 299, 444
Weißbrot, Identifizierung von Carbonylverbindungen in Äthanolextrakten von Weißbrot 385
Wirkstoff, Bestimmung in Aerosoldosen 457
Wismut, Bestimmung 80, 376; Analyse mit photoelektrisch arbeitendem Spektrometer 54; spektralphotometrische Bestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 54; Bestimmung mit Xylenolorange 375; mit Lithium- und Natriumcyanoferrat(II) 55; volumetrische Bestimmung mit Dalzin 376; Abtrennung 250; Bestimmung neben Barium 311; Bestimmung in Meerwasser 458; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Calcium oder Magnesium 301; von Strontium oder Barium 301; von Titan und Uran neben Wismut 44, 45; der Platinmetalle 438
Wismutsulfid, thermogravimetrisches Verhalten 135
Wolfram, Bestimmung in Blutserum und Pflanzenmaterial 235; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; Bestimmung von Seltenen Erden neben Wolfram in Eisen und Stahl 392, 393
Wolfram(VI), Bestimmung 182
12-Wolframphosphorsäure, Bestimmung mit Tri-n-butylamin 436

Xanthosin, Anfärbung 236
Xylenole, Bestimmung der Isomeren in Mischungen 211, 289
Xylenolorange, zur Bestimmung von Wismut 375
Xylol, infrarotspektroskopische Analyse 346; Bestimmung der Isomeren 289, 290
D-Xylose, Bestimmung der Methylpyranoside 446

Ytterbium-169, Abtrennung 50
Yttrium, Titration mit Kupferronlösung 314; Radiochemie 284 [L]

Zeisel-Methode, -Jodwasserstoffreagentien auf funktionelle Gruppen 204
Zement, Schnellanalyse 224
Zerstäubungsverfahren, Anwendung in der Spektralanalyse 286
Zerstäubungsverhältnisse, Einfluß der Viskosität der Lösungen bei der flammenphotometrischen Zerstäubung 287
Zimtsäure, Farbreaktion 196; Verwendung zur gravimetrischen Bestimmung von Eisen, Aluminium und Chrom neben Mangan, Nickel, Kobalt und Zink 382
Zink, zur Herstellung eines galvanischen Elementes mit Quecksilber für die Konzentrationsbestimmung von Metallionen 298; Extrahierbarkeit des Chelates mit PAN 136; Nachweis 308; Bestimmung 301; mit Dithizon 311; durch Ringofentüpfelcolorimetrie 130; mit Hilfe von Zink-65 133; komplexometrische Bestimmung 242; Grenzen der Simultanbestimmung mit Cadmium 426; Bestimmung neben Calcium oder Magnesium 302; amperometrische Titration neben Cadmium 311; Abtrennung von Aluminium und Eisen 417; Bestimmung neben viel Indium 371; Abtrennung von Palladium 384; Bestimmung in Meerwasser 458; in Bronze 128; in Eisen und Stahl 221; in Mineralien 226; in Glas 228; in Verchromungsbädern 228; in biologischem Material 233; Einfluß auf den Silbernachweis 126; auf die Wolframbestimmung 184; Bestimmung von Calcium oder Magnesium 301; von Strontium oder Barium 301; von Barium neben Zink 311; von Indium neben Zink 52; von Blei neben Zink in Legierungen 464; von Mangan 302; von Eisen, Aluminium und Chrom neben Zink 382; von Nickel neben Zink 302; Radiochemie 284 [L]
Zink-65, Indicator bei der Bestimmung von markiertem Zink und Kupfer 134
Zink(II), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96; Bestimmung in Rohr- und Rübenzuckermelasse 148
Zink-Kupferblenden, Untersuchung 312
Zinklegierungen, Bestimmung von Magnesium und Aluminium 461
Zinn, Nachweis 353; coulometrische Bestimmung 369; Abtrennung 250; Bestimmung in Bronze 128; in Eisen und Stahl 394; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; Bestimmung von Blei neben Zinn in Legierungen 464; der Platinmetalle 438; Radiochemie 284 [L]
Zinn(II), zur Bestimmung von Rhenium 97; Oxydation mit Bleitetraacetat 132
Zinn(II, IV), Extraktion mit Tetraphenylarsoniumchlorid 96
Zinn(IV), Trennung von Blei 370
Zinn(II)-chlorid, Bestimmung mit Natriumchlorit 301
Zinn-Kupfergruppe, Trennung der Sulfide mit Hilfe einer Schwefelwasserstoff-Acetonlösung 135
Zirkonium, Bestimmung mit Neothoron 371; radiometrische Bestimmung von Zirkoniumspuren 53; Bestimmung neben Barium 311; chromatographische Abtrennung von Hafnium 372; von Palladium 62; Bestimmung in Uran-Plutoniumlegierungen 462; in bestrahltem Plutonium 463; in komplexen Nickellegierungen 223; im Glas 228; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 180; auf die Wolframbestimmung 185; Bestimmung von Titan und Uran neben Zirkonium 44, 45
Zirkonium-95, Abtrennung von Spaltprodukten 372
Zirkonylchlorid, zur Bestimmung von Fluoriden mit Fluorescenzindicatoren 436
Zucker, volumetrische Bestimmung 447; papierchromatographische Auftrennung 448; Bestimmung in Früchten, Wein, Fruchtsäften, Konditoreierzeugnissen und ähnlichem 447; Nachweis von zugesetztem Invertzucker in Traubenmost und Wein 70
Zündholzköpfchen, Bestimmung von Kaliumchlorat und Kaliumdichromat 231

3 8198 313 601 120
THE UNIVERSITY OF ILLINOIS AT CHICAGO

DATE DUE

[illegible]	JUN 19 '73		
GAYLORD			PRINTED IN U.S.A.